



ESPAÑA

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

PATENTE DE INVENCION

19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	481.029		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			29.5.79		

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
	910.966		30.5.78		Estados Unidos
	029.821		30.5.78		" "

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07D 239/26, 251/12 JA 0/N 9/22		

64 TITULO DE LA INVENCION

UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE N-HETEROCICLIL-N'-(ARILSULFONIL)CARBAMIMIDOTIOATOS.

71 SOLICITANTE (S)

E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Wilmington, Delaware 19898 ESTADOS UNIDOS.

72 INVENTOR (ES)

Gary Douglas Grantham y George Levitt, estadounidenses.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

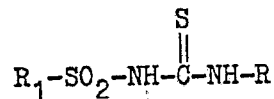
RESUMEN DE LA INVENCION

1 Los N-heterociclil-N'-(arilsulfonil)carbamidotioa-
 tos (o compuestos donde el radical arilo está sustituido
 por un radical tienilo), tal como N'-(2-clorofenilsulfonil)-
 5 N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-il)carbamidotioato de meti-
 lo, son útiles como herbicidas, generales o selectivos, y co
 mo modificadores del crecimiento de las plantas.

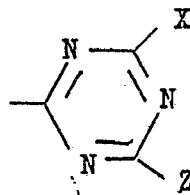
ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 Esta invención se refiere a N-heterociclil-N'-(aril-
 sulfonil)carbamidotioatos de alquilo con actividad agríco-
 la. Se refiere también a estos compuestos donde el radical
 arilo ha sido sustituido por un radical tienilo.

Las solicitudes de patentes estadounidenses números
 824.805, presentada el 15 de Agosto de 1977, y 840.389, pre-
 15 sentada el 6 de Octubre de 1977, describen como herbicidas,
 entre otros, compuestos de la fórmula siguiente:

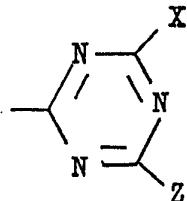


En la primera, R es



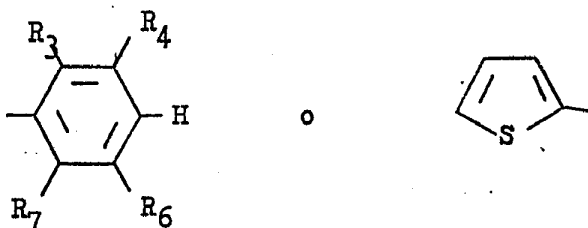
25

1 y en la última, R es



5

En estas dos solicitudes, R₁ puede ser

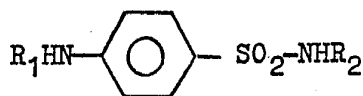


10

y R₃, R₄, R₆ y R₇ pueden ser cada uno de ellos hidrógeno, fluor, cloro, bromo o metilo. Además, en ambas solicitudes, cada uno de los radicales R₃, R₆ y R₇ puede ser metoxi y R₃ y R₆ pueden ser además nitro, trifluormetilo o CH₃S(O)_n⁻.
15 En ambas solicitudes, X puede ser metilo, metoxi, etoxi o metoximetilo y Z puede ser metilo o metoxi.

En la patente estadounidense 3.637.366 se describen compuestos de fórmula:

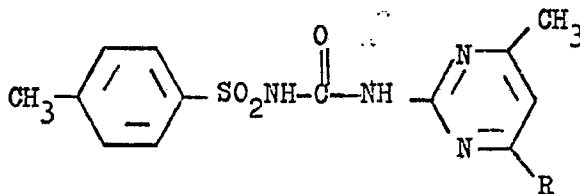
20



donde R₁ es hidrógeno o acilo alifático saturado inferior y R₂ es hidrógeno, 2-pirimidinilo, piridilo, amidino, acetilo o carbamoilo. Se indica que los compuestos descritos
25 permiten controlar el garranchuelo, los berros, las endi-

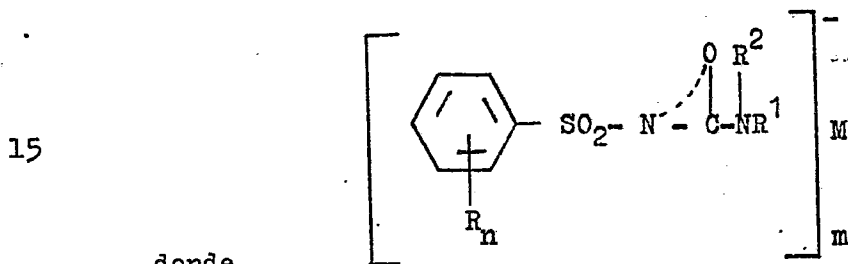
1 vias, el trébol y la Poa annua.

Las pirimidinil-sulfonilureas sustituidas de la si-
guiente fórmula, que también están sustituidas en la posi-
ción para del anillo fenílico están descritas en Farmco
5 Ed. Sci., 12, 586 (1957) [Chem. Ab., 53, 18052 g (1959)]:



10 donde R es H o CH₃.

En la patente estadounidense 3.823.007 se describen
sales de isourea como herbicidas:



15 donde

R es cloro, bromo, yodo, ciano, alquilo, alcoxi, nitro,
amino o -NH-C(=O)-R³,

20 R³ es hidrógeno o alquilo;

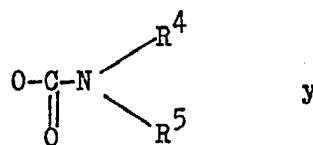
n es un número entero de 1 a 3;

m es el número entero 1 ó 2;

M es un metal alcalino, un metal alcalino-térreo o amo-
nio;

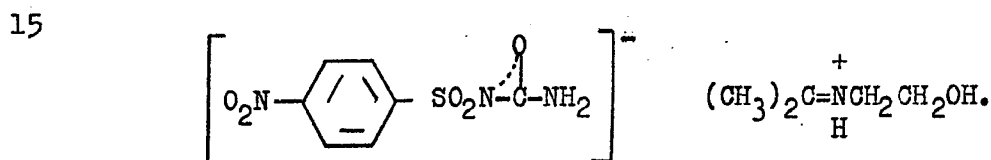
25

1 R¹ y R² son cada uno de ellos independientemente hidró-
 geno, alquilo, alcoxi, alquinilo, fenilo, fenilo
 sustituido con un máximo de tres sustituyentes, sien-
 do estos sustituyentes alquilo, bromo, cloro, alco-
 5 xi, fenoxi, fenoxi monohalogenado y dihalogenado,
 siendo dicho halógeno cloro o bromo, o el grupo



10 R⁴ y R⁵ son cada uno de ellos independientemente hidró-
 geno o alquilo.

En la patente estadounidense 3.714.209 se describe
 la sal de isopropilidenaminoetanol de la p-nitrobenzenosul-
 fonilisourea como herbicida:



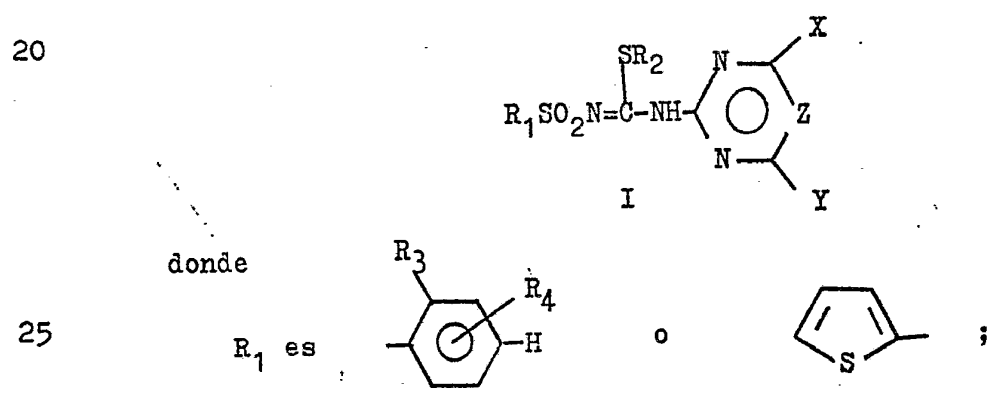
20 La presencia de vegetación indeseable produce impor-
 tantes daños a los cultivos útiles, especialmente a los pro-
 ductos agrícolas que satisfacen las necesidades básicas del
 hombre de alimentos y fibras, tales como algodón, arroz,
 maíz, trigo, soja y similares. La explosión demográfica ac-
 tual y la consiguiente escasez mundial de alimentos y fi-
 25 bras exige mejorar la eficacia de producción de estos culti-

1 vos. La prevención o reducción de las pérdidas de una parte de estos valiosos cultivos por destrucción o inhibición del crecimiento de la vegetación indeseable constituye una forma de aumentar esta eficacia.

5 Existe una amplia variedad de materiales útiles para destruir o inhibir (controlar) el crecimiento de la vegetación indeseable; estos materiales son denominados corriente-mente herbicidas. Sin embargo, todavía existe la necesidad de herbicidas más eficaces que destruyan o controlen las ma-
10 las hierbas sin producir daños importantes a los cultivos útiles.

COMPENDIO DE LA INVENCION

De acuerdo con esta invención, se proporcionan nuevos compuestos de Fórmula I y sus sales agrícola-mente ade-
15 cuadas, composiciones agrícolas adecuadas que los contienen y métodos para su uso, como herbicidas generales y selectivos con actividad de pre-emergencia y post-emergencia y como modificadores del crecimiento de las plantas:



1 R_2 es alquilo C_1-C_{10} ; $CH_2CH_2OCH_3$; $CH_2CH_2OCH_2CH_3$;
 $CH_2CH_2CH_2OCH_3$; CH_2A , $\begin{array}{c} CH-A \\ | \\ CH_3 \end{array}$ donde A es CO_2 -alquilo

5 C_1-C_4 , $\begin{array}{c} O \\ || \\ CN \end{array} \begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{l} \text{alquilo } C_1-C_4 \\ H \end{array}$; $\begin{array}{c} O \\ || \\ CN \end{array} \begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{l} \text{alquilo } C_1-C_4 \\ \text{alquilo } C_1-C_4 \end{array}$,

$\begin{array}{c} O \\ || \\ CN \end{array} \begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{l} CH_3 \\ OCH_3 \end{array}$; $\begin{array}{c} O \\ || \\ CNH_2 \end{array}$; fenilo, fenilo sustituido con
 CH_3 o cloro; CN, alquenilo C_2-C_4 o alquinilo
 C_2-C_4 ;

10 R_3 es H, Cl, Br, CH_3 , CH_3O , NO_2 , CF_3 , $CH_3S(O)_n$,
 $COOR_5$ o $CONR_6R_7$;

R_4 es H, F, Cl, Br, CH_3 , CH_3O , NO_2 , CF_3 ó $(CH_3S(O))_n$;
donde $n = 0, 1$ ó 2 ;

15 R_5 es alquilo C_1-C_4 o alquenilo C_3-C_4 ;

R_6 es H, CH_3O o alquilo C_1-C_3 ;

R_7 es H o alquilo C_1-C_3 ;

X es CH_3 , CH_3O , CH_3CH_2O ó CH_3OCH_2 ;

Y es CH_3 ó CH_3O y

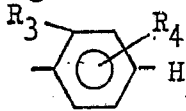
20 Z es CH o N;

con la condición de que R_3 y R_4 son diferentes entre sí cuando uno cualquiera de ellos es NO_2 o CF_3 ; y cuando R_6 es CH_3O , R_7 es CH_3 .

25 Son preferidos por su gran actividad y/o precio de coste favorable los compuestos de Fórmula I donde, inde-

1 pendientemente o en cualquier combinación:

A) La fórmula genérica I donde R_1 es



5 B) Compuestos de A donde R_3 es Cl , Br , CH_3 , CH_3O , NO_2 o CO_2R_5 y R_4 es H o Cl .

C) Compuestos de B donde R_2 es alquilo C_1-C_6 ; $CH_2CH_2OCH_3$; $CH_2CH_2OC_2H_5$; $CH_2CH_2CH_2OCH_3$; $-CH_2A$ o $-CH-A$ donde A es



10 CO_2 (alquilo C_1-C_4), CN , $-CH=CH_2$ ó $-C\equiv CH$;

D) Compuestos de C donde R_3 es Cl , Br , CH_3 , CH_3O , NO_2 ó CO_2R_5 y R_4 es H o Cl ;

E) Compuestos de D donde R_4 es H y R_3 es Cl , CH_3 , NO_2 ó CO_2R_5 .

15 F) Compuestos de E donde R_2 es alquilo C_1-C_4 , $-CH_2A$ o $-CH-A$, donde A es CO_2CH_3 , $CO_2C_2H_5$, CN o $CH=CH_2$;



G) Compuestos de F donde X es CH_3 u OCH_3 .

20 Más preferidos por su mayor actividad y/o precio de coste más favorable son los compuestos de Fórmula I donde

R_2 es CH_3 ,

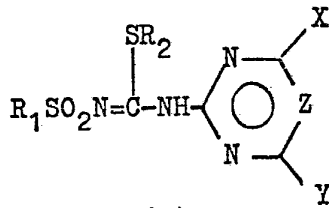
R_3 es Cl , CH_3 o NO_2 ;

R_4 es H , Cl o CH_3 y

X es CH_3 o CH_3O .

25

1



5

(I)

donde R_1 , R_2 , X, Y y Z son los definidos anteriormente; D es sulfato o halógeno, como Cl, Br o I; M es un metal alcalino o alcalino-térreo y n es un número entero correspondiente a la valencia de D.

10

La mejor forma de llevar a cabo la reacción es en disolventes orgánicos apróticos inertes, como tetrahidrofurano o éter dietílico, a temperaturas entre unos 25° y 100°C y a la presión atmosférica. La forma de adición no es crítica; sin embargo, con frecuencia conviene agregar el agente alquilante en solución a una suspensión agitada de la citada sal. El producto final se aísla por evaporación del disolvente y recristalización del residuo en un disolvente como acetonitrilo o etanol.

15

20

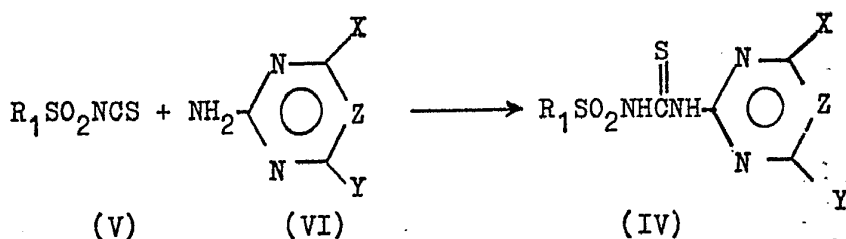
Las sales metálicas de Fórmula II pueden ser preparadas por tratamiento de la correspondiente sulfoniltiurea (Fórmula IV, Ecuación 2) con una solución de una sal de un metal alcalino o alcalino-térreo con un anión suficientemente básico para abstraer el protón (v.g. hidróxido, alcóxido, carbonato o hidruro). Como indica la Ecuación 2, la sulfoniltiurea IV puede ser preparada por combinación de

25

1 un sulfonilisotiocianato adecuadamente sustituido de F6r-
 mula V con un 2-aminoheterociclo apropiado de F6rmula VI;
 R₁, X, Y y Z son los definidos anteriormente:

Ecuaci6n 2:

5



10

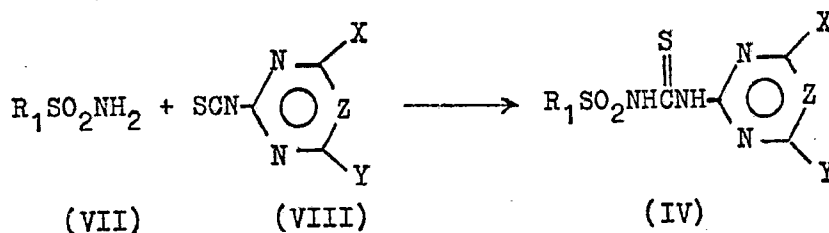
La mejor forma de llevar a cabo la reacci6n es en di-
 solventes org6nicos apr6ticos inertes como cloruro de me-
 tileno, tetrahidrofurano o acetonitrilo, a la presi6n at-
 mosf6rica y a la temperatura ambiente. La forma de adici6n
 no es cr6tica; sin embargo, con frecuencia conviene agre-
 15 gar el isotiocianato a una suspensi6n agitada del aminohe-
 terociclo. Como estos isotiocianatos habitualmente son l6-
 quidos, su adici6n se controla m6s f6cilmente. Pueden uti-
 lizarse catalizadores como 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano o
 dilaurato de dibutilesta6o.

20

En algunos casos, las sulfoniltioureas de F6rmula IV
 se preparan m6s convenientemente, como indica la Ecuaci6n 3,
 por reacci6n de una sulfonamida adecuadamente sustituida de
 F6rmula VII con el 2-isotiocianato-heterociclo apropiado de
 F6rmula VIII; R₁, X, Y y Z son los definidos anteriormente.

25

1 Ecuación 3



5

La preparación de los 2-isotiocianato-heterociclos VIII está descrita en la patente japonesa Kokai 51-143.686.

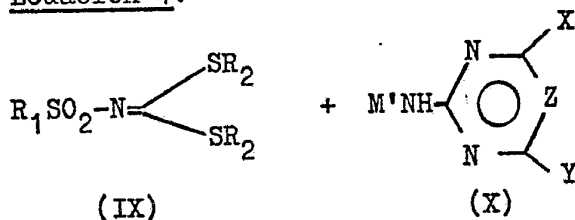
10

La preparación de las sulfoniltiureas IV y los reactivos adecuados están descritos en las citadas solicitudes de patentes estadounidenses números de serie 824.805 y 840.389, cuyo contenido a este respecto se incorpora aquí por referencia.

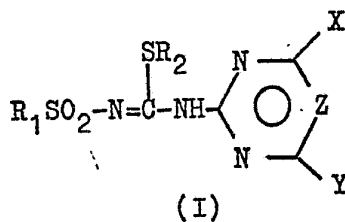
15

Los compuestos de Fórmula I también pueden ser preparados como indica la Ecuación 4. Este es el procedimiento preferido cuando Z = N.

Ecuación 4:



20



25

1 Se hace reaccionar un compuesto de Fórmula IX con la
sal de la amina heterocíclica a temperaturas de 0° a 100°
en un disolvente adecuado, v.g. dimetilformamida, dimetil-
sulfóxido o un disolvente etéreo, v.g. tetrahidrofurano; R₁,
5 R₂, X, Y y Z son los definidos anteriormente. M' es un ca-
tión de metal alcalino, v.g. sodio o potasio.

Los compuestos de Fórmula IX pueden ser preparados
como se ha descrito en Chem. Ber. 99, 2885 (1966).

10 Los compuestos de esta invención y su preparación son
ilustrados además mediante los siguientes ejemplos, donde
las temperaturas se dan en grados centígrados y las partes
son en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

15 N'-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipirimidin-2-
il)carbamimidatoato de metilo

20 A una suspensión de 18,0 g de N-[(4,6-dimetoxipirimi-
din-2-il)aminotioxometil]-2,5-dimetoxibencenosulfonamida en
200 ml de tetrahidrofurano anhidro se agregan 16,7 ml de
una solución 3M de NaOCH₃ en metanol. La mezcla de reacción
se calienta a reflujo, después se agregan 3,1 ml de yoduro
de metilo en 10 ml de tetrahidrofurano anhidro y la mezcla
se calienta a reflujo durante 3 horas. Se enfría la mezcla
de reacción y el precipitado blanco resultante se separa
25 por filtración y se lava con tetrahidrofurano para dar
12,9 g de N'-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipi-

1 -rimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo, p.f. 207-208°C.

EJEMPLO 2

N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-
carbamimidotioato de metilo

5 A una suspensión de 11,7 g de N-[(4,6-dimetoxipiri-
midin-2-il)aminotioxometil]-2-clorobencenosulfonamida en
150 ml de tetrahidrofurano anhidro se agregan 13,0 ml de
una solución 3 M de NaOCH₃ en metanol. La mezcla de reac-
ción se calienta a reflujo durante media hora y después se
10 añaden 5,5 g de yoduro de metilo en 10 ml de tetrahidrofura-
no anhidro. Después de calentar a reflujo durante 4 horas
más, se enfría la mezcla de reacción, se separa el disol-
vente a vacío y el residuo se recristaliza en acetonitrilo
para dar 6,5 g de N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimeto-
15 xipirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo, p.f. 169-
171°C.

EJEMPLO 3

N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-
il)carbamimidotioato de metilo

20 A una suspensión de 11,2 g de N-[(4-metoxi-6-metil-
pirimidin-2-il)aminotioxometil]-2-clorobencenosulfonamida
en 150 ml de tetrahidrofurano anhidro se añaden 13,0 ml de
una solución 3 M de NaOCH₃ en metanol. La mezcla de reac-
ción se calienta a reflujo durante media hora y después se
25 añaden 5,5 g de yoduro de metilo en 10 ml de tetrahidrofur-

1 rano anhidro. Después de calentar a reflujo durante 4 horas
más, se enfría la mezcla de reacción, se separa el disolven
te a vacío y el residuo se recristaliza en acetonitrilo pa
ra dar 8,6 g de N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-me
5 tilpirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo, p.f. 160-
162°C.

EJEMPLO 4

N'-(2,5-Dimetoxifenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-
triazin-2-il)carbonimidotioato de metilo

10 Se disuelven 1,4 g de 2-amino-4-metoxi-6-metiltriazina
en una mezcla de 20 ml de tetrahidrofurano y 60 ml de di-
metilformamida y se añaden 0,48 g de hidruro sódico (disper
sión al 50 % en aceite mineral). La mezcla de reacción se
15 agita hasta que cesa el desprendimiento de hidrógeno. Se
añaden de una sola vez 2,75 g del éster S,S-dimetílico del
ácido N-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)carbonimidotioico. La mez
cla de reacción se agita durante 24 horas a la temperatura
ambiente y después se vierte en 300 ml de agua y se acidu-
la hasta pH 5 con ácido clorhídrico al 20 %. Se filtra la
20 mezcla y el sólido crudo obtenido se cristaliza en acetato
de etilo para dar 1,1 g de un producto con un punto de fu-
sión de 168-169°.

25 Siguiendo los procedimientos de los Ejemplos 1 a 3,
con cantidades equivalentes de las N-(pirimidinilamino-
tioxometil)bencenosulfonamidas (o tiofensulfonamidas), com-

1 puestos metálicos y agentes alquilantes apropiados, pueden prepararse los compuestos de las Tablas I y II.

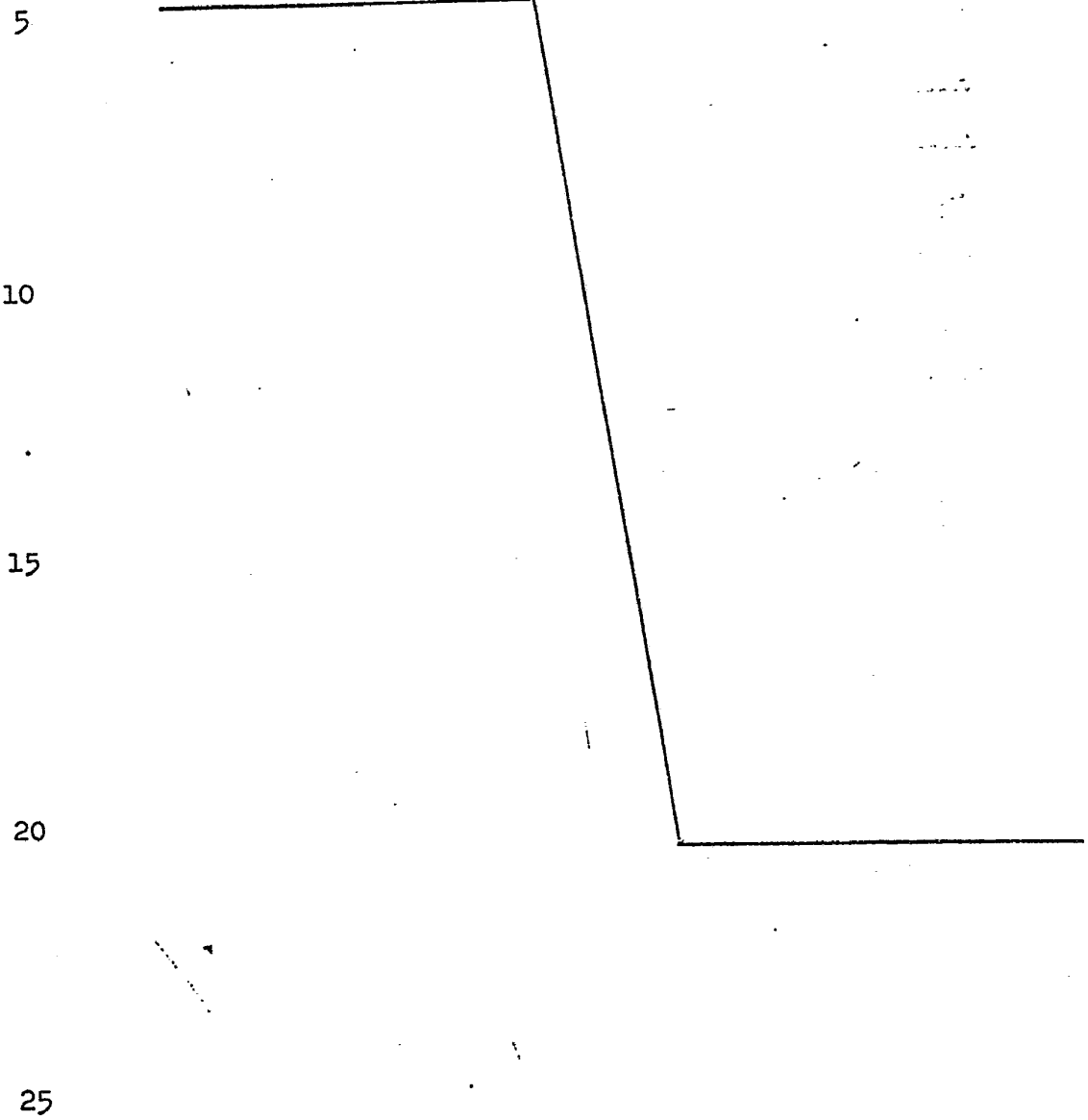
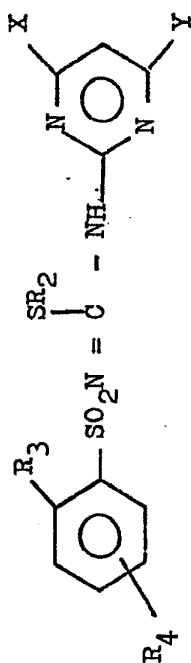


TABLA I



R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃	Cl	5-Cl	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	Cl	5-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ (CH ₂) ₃	H	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	H	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	264-266 (desc.)
CH ₃	F	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃ O	5-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	6-Cl	CH ₃	CH ₃ O	

TABLA I (Continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃	Cl	5-CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	F	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃ O	5-Cl	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	NO ₂	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	NO ₂	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-NO ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	5-NO ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	3-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CF ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃ O	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-F	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	
(CH ₃) ₂ CH	H	3-Br	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-NO ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	F	6-F	CH ₃	CH ₃ O	

TABLA I (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃	F	5-F	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-CF ₃	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-NO ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃	157-161
CH ₃	Cl	5-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	3-F	CH ₃	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Br	5-Br	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	Cl	6-Cl	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ S	5-CH ₃ S	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	5-Br	CH ₃	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	CH ₃	5-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	5-F	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ O	5-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
(CH ₃) ₂ CH	H	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Cl	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Cl	5-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	

TABLA I. (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃ CH ₂	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	6-Cl	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Br	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	H	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃	CF ₃	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	NO ₂	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	F	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	F	6-F	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Cl	6-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	H	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃	Br	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	NO ₂	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃ (CH ₂) ₂	NO ₂	H	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂ (CH ₃)CH	Cl	5-Cl	CH ₃ O	CH ₃	
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	NO ₂	H	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ SO ₂	5-CH ₃ SO ₂	CH ₃ C	CH ₃	

TABLA I (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃	CH ₃ SO	5-CH ₃ SO	CH ₂ CH ₃ O	CH ₃	
(CH ₃) ₂ OH	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃	255-258 (desc.)
CH ₃ (CH ₂) ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	233-235 (desc.)
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃	106-107
CH ₃ (CH ₂) ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃	
(CH ₃) ₂ CH	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃ O	195-198 (desc.)
CH ₃ (CH ₂) ₅	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃	118-120
CH ₃ (CH ₂) ₃ CH CH ₃	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	COOCH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CON(CH ₃) ₂	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ (CH ₂) ₃	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	115-116
(CH ₃) ₂ CH	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	90-93,5
CH ₃ (CH ₂) ₄	H	H	CH ₃	CH ₃ O	102-106
(CH ₃) ₂ CH	Cl	H	CH ₃	CH ₃	113-122
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃	108-112

1 21 1

TABLA I (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	P.f. °C
CH ₃ CH ₂ CH CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃	104-110
CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	160-162
CH ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	169-171
n-C ₇ H ₁₅	Cl	H	CH ₃	CH ₃	114-115
n-C ₁₀ H ₂₁	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	82-87
CH(CH ₂) ₇ CH ₃ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CH ₂ OCH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃	137-139
CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₃	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₂ CO ₂ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃	201-202,5
CH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₂ CO ₂ n-C ₄ H ₉	Cl	H	CH ₃	CH ₃	
CHCO ₂ CH ₃ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	166-168

TABLA I (continuación)

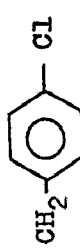
R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
$\text{CHCO}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ CH_3	F	H	CH_3	CH_3O	
$\text{CH}_2\text{CNHCH}(\text{CH}_3)_2$ O	Cl	H	CH_3	CH_3O	
$\text{CH}_2\text{CN}(n\text{-C}_3\text{H}_7)_2$ O	Cl	H	CH_3	CH_3O	
$\text{CH}_2\text{CNHn-C}_4\text{H}_9$ O	Cl	H	CH_3	CH_3O	
CH-C-N CH_3 OCH_3 CH_3	Cl	H	CH_3	CH_3O	
$\text{CH}_2\text{-C}_6\text{H}_5$	Cl	H	CH_3	CH_3O	180-182
$\text{CH-C}_6\text{H}_5$ CH_3	Cl	H	CH_3	CH_3O	
	Cl	H	CH_3	CH_3O	

TABLE I (continuación)

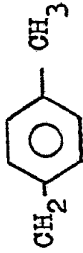
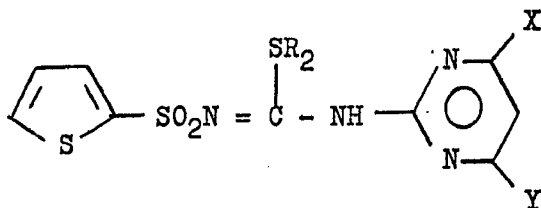
R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CN	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CH=CH ₂	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CH=CH ₂	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	115-120
CH ₂ CH=CH-CH ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₂ C≡CH	CO ₂ CH(CH ₃) ₂	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₂ C≡CH	Cl	H	CH ₃	CH ₃	159-162
CH ₂ C≡C-CH ₃	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH-CH=C(CH ₃) ₂ CH ₃	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₂ C≡C-C ₂ H ₅	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃	93-105
CHCH ₂ CH ₂ CH ₃ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃	110-113
(CH ₂) ₅ CH ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	112-114
(CH ₂) ₇ CH ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	96-98

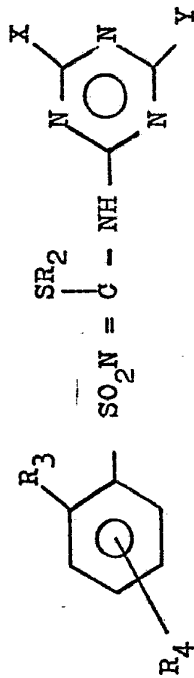
TABLA II



R ₂	X	Y	p.f. °C
CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ (CH ₂) ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	CH ₃	
(CH ₃) ₂ CH	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂ (CH ₃)CH	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ (CH ₂) ₅	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ (CH ₂) ₃	CH ₃ O	CH ₃	112-113,5°

Siguiendo los procedimientos de los Ejemplos 1-3 con cantidades equivalentes de las N-(triazinilaminotio-xometil)bencenosulfonamidas (o tiofensulfonamidas), compuestos metálicos y agentes alquilantes apropiados, pueden prepararse los compuestos de las Tablas III y IV.

TABLA III



R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	H	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	F	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	Br	H	CH ₃ OCH ₂	CH ₃ O	
CH ₃	NO ₂	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	CF ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	F	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	6-Cl	CH ₃	CH ₃ O	

TABLA III (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃ (CH ₂) ₃	Cl	5-CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-CF ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-Br	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	3-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	3-F	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃ CH ₂	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-F	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	H	3-NO ₂	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-Cl	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	3-Cl	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-F	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₃	Cl	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	H	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃	148-150
CH ₃ CH ₂	Br	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	F	H	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	

TABLA III (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃ CH ₂	CH ₃	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	CF ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	NO ₂	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ O	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	Cl	5-Cl	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	6-Cl	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	Br	5-Br	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃	168-169
CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	3-Cl	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	5-NO ₂	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ O	5-Cl	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	5-NO ₂	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	Cl	5-F	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	H	3-CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃	H	3-Br	CF ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	H	H	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	

TABLA III (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃ CH ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	Br	H	CH ₃	CH ₃	
(CH ₃) ₂ CH	F	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CF ₃	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	NO ₂	H	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	CH ₃ O	H	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Cl	5-Cl	CH ₃	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Cl	6-Cl	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	Br	5-Br	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ O	5-CH ₃ S	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	5-CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	Cl	3-Cl	CH ₃	CH ₃	
CH ₃	CH ₃	5-NO ₂	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	NO ₂	H	CH ₃ O	CH ₃ O	
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃ O	

TABLA III (continuación)

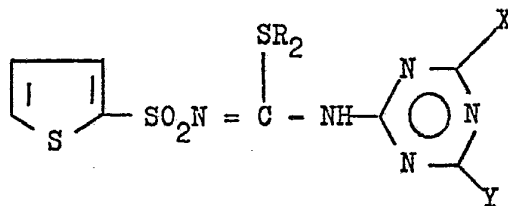
R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₃ CH ₂ (CH ₃)CH	CH ₃	H	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂ CH ₂	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	CH ₃ S	5-CH ₃ S	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ CH ₂	CH ₃ SO ₂	5-CH ₃ SO ₂	CH ₃ O	CH ₃ O	
CH ₃	CH ₃ SO	5-CH ₃ SO	CH ₃ O	CH ₃ O	
(C ₂ H ₅) ₂ CHCH ₂	Cl	H	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃ (CH ₂) ₅	CH ₃ O	5-CH ₃ O	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	COOCH ₃	H	CH ₃ O	CH ₃	
CH ₃	CON(CH ₃) ₂	H	CH ₃ O	CH ₃	
n-C ₈ H ₁₇	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
n-C ₉ H ₁₉	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH(CH ₂) ₅ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH(CH ₃) ₂					
CH ₂ CH ₂ OCH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CO ₂ C ₂ H ₅	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	

TABLA III (continuación)

R ₂	R ₃	R ₄	X	Y	p.f. °C
CH ₂ CO ₂ n-C ₄ H ₉	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CHCO ₂ CH(CH ₃) ₂ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CO ₂ C ₂ H ₅	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ CO ₂ n-C ₃ H ₇	F	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ C(=O)NHCH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ C(=O)NHC ₂ H ₅	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ C(=O)N(CH ₃) ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ C(=O)N(n-C ₄ H ₉) ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ C(=O)N(CH ₃)OCH ₃ CH ₃	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	
CH ₂ C(=O)NH ₂	Cl	H	CH ₃	CH ₃ O	

1

TABLA IV



5

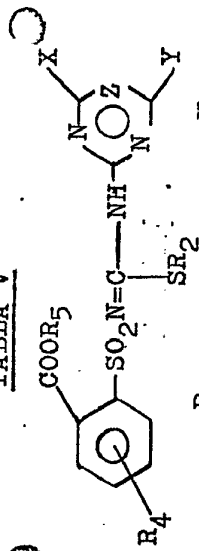
	R_2	X	Y
	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O
	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O
	CH ₃ (CH ₂) ₃	CH ₃	CH ₃ O
10	CH ₃	CH ₃	CH ₃
	CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃
	CH ₃	CH ₃ OCH ₂	CH ₃
	(CH ₃) ₂ CH	CH ₃ O	CH ₃
	CH ₃ CH ₂ (CH ₃)CH	CH ₃ O	CH ₃ O
15	(CH ₃) ₂ CHCH ₂	CH ₃ O	CH ₃
	CH ₃ (CH ₂) ₅	CH ₃ O	CH ₃
	CH ₃ (CH ₂) ₃ CH CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O

20

Siguiendo el procedimiento de los Ejemplos 1 a 3 con cantidades equivalentes de N-(pirimidinilaminotioxometil)bencenosulfonamidas o N-(triazinilaminotioxometil)bencenosulfonamidas, compuestos metálicos y agentes alquilantes apropiados, pueden prepararse los compuestos de las Tablas V y VI.

25

TABLE V



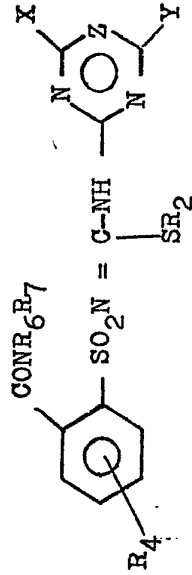
R ₂	R ₄	R ₅	X	Y	Z	p.f.
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	N	170-172
CH ₃ (CH ₂) ₄	H	CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	CH	
CH ₃	5-F	CH ₃	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	CH	
CH ₃ CH ₂	5-Cl	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	CH	
(CH ₃) ₂ CH	5-Br	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃ CH ₂	5-NO ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃ (CH ₂) ₃	5-CH ₃ O	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃ (CH ₂) ₅	5-OH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH	
(CH ₃) ₂ CHCH ₂	5-CH ₃ O	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃ (CH ₂) ₃ CH	5-CH ₃	CH ₃	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	CH	
CH ₃						
CH ₃	5-CH ₃ S	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃	5-Cl	CH ₂ CH ₃	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	CH	
CH ₃	H	CH ₃ CH ₂ CH	CH ₃ OCH ₂	CH ₃ O	CH	
		CH ₃				
CH ₃ CH ₂ (CH ₃)CH	H	CH ₃ (CH ₂) ₃	CH ₃	CH ₃ O	CH	
CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃ CH ₂ CH ₂	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	CH	

TABLA V (continuación)

R ₂	R ₄	R ₅	X	Y	Z	p.f.
CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃	N	
CH ₃ CH ₂	5-F	CH ₃	CH ₃ OCH ₂	CH ₃	N	
CH ₃	5-CH ₃ S	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	N	
CH ₃	3-CH ₃	CH ₃ CH ₂	CH ₃	CH ₃ O	N	
(CH ₃) ₂ CH	6-Cl	(CH ₃) ₂ CH	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	N	
CH ₃	5-Br	CH ₃ CH ₂ CH CH ₃	CH ₃ O	CH ₃	N	
CH ₃	5-NO ₂	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃	N	
C ₂ H ₅	H	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	N	jarabe
CHCOOCH ₃ CH ₃	H	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	N	208-209
CH ₃	H	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₃ O	CH ₃ O	CH	
CH ₃	H	CH(CH ₃)CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃ O	N	

! 3 !

TABLA VI



R_2	R_4	R_6	R_7	X	Y	Z	p.f.
$CH_3CH_2CH(CH_3)OH$	H	CH_3	CH_3	CH_3O	CH_3	CH	
$CH_3(CH_2)_5$	H	CH_3	CH_3	CH_3O	CH_3O	CH	
$CH_3(CH_2)_3CH(CH_3)OH$	H	CH_3	CH_3	CH_3O	CH_3	CH	
CH_3	5-Cl	CH_3CH_2	CH_3CH_2	CH_3O	CH_3O	CH	
$CH_3(CH_2)_2$	H	CH_3O	CH_3	CH_3O	CH_3	CH	
CH_3	H	$CH_3(CH_2)_2$	$CH_3(CH_2)_2$	CH_3O	CH_3	CH	
CH_3	H	$(CH_3)_2CH$	$(CH_3)_2CH$	CH_3O	CH_3	CH	
$CH_3(CH_2)_3$	6-Cl	CH_3	H	CH_3O	CH_3O	CH	
$(CH_3)_2CHCH_2$	H	CH_3	CH_3	CH_3O	CH_3	N	
CH_3CH_2	H	CH_3	CH_3	CH_3O	CH_3O	N	

1
3
1

TABLA VI (continuación)

R ₂	R ₄	R ₆	R ₇	X	Y	Z
(CH ₃) ₂ CH	H	CH ₃ CH ₂	CH ₃ CH ₂	CH ₃ O	CH ₃	N
CH ₃	3-CH ₃	CH ₃ O	CH ₃	CH ₃ O	CH ₃ O	N
CH ₃	H	CH ₃ (CH ₂) ₂	CH ₃ (CH ₂) ₂	CH ₃ OCH ₂	CH ₃ O	N
CH ₃	H	(CH ₃) ₂ CH	(CH ₃) ₂ CH	CH ₃ CH ₂ O	CH ₃	N
(CH ₃) ₂ CH	H	H	H	CH ₃ O	CH ₃	N
CH ₃	H	H	(CH ₃) ₂ CH	CH ₃ O	CH ₃ O	N

1 Formulaciones

Las formulaciones útiles de los compuestos de Fórmula I pueden prepararse por métodos convencionales. Pueden ser polvos finos, gránulos, granzas, soluciones, suspensiones, emulsiones, polvos mojables, concentrados emulsionables y similares. Muchas de estas formulaciones pueden ser aplicadas directamente. Las formulaciones pulverizables pueden ser diluidas con medios adecuados y utilizadas a unos volúmenes de pulverización de algunos litros a varios centenares de litros por hectárea. Las composiciones de gran concentración se utilizan fundamentalmente como intermediarios para nuevas formulaciones. En términos generales, las formulaciones contienen alrededor de 0,1 a 99 % en peso de uno o varios ingredientes activos y por lo menos uno de los siguientes ingredientes: a) alrededor de 0,1 a 20 % de uno o varios agentes tensoactivos o b) alrededor de 1 a 99,9 % de uno o varios diluyentes sólidos o líquidos. Más específicamente, contienen estos ingredientes en las proporciones aproximadas indicadas en la Tabla VII.

20

TABLA VII

Porcentaje en peso *

<u>Ingrediente activo</u>	<u>Diluyente(s)</u>	<u>Agente(s) tensoactivo(s)</u>
---------------------------	---------------------	---------------------------------

Polvos mojables

20-90

0-74

1-10

25

Soluciones, suspensiones y emulsiones oleosas (incluidos los concentrados emulsionables)

3-50

40-95

0-15

TABLA VII (continuación)

		Porcentaje en peso *		
		Ingrediente activo	Diluyente(s)	Agente(s) tensoactivo(s)
5	Suspensiones acuosas	10-50	40-84	1-20
	Polvos finos	1-25	70-99	0-5
	Gránulos y granzas	0,1-95	5-99,9	0-15
	Composiciones muy concentradas	90-99	0-10	0-2

10 * Ingrediente activo más por lo menos un agente tensoactivo o un diluyente = 100 % en peso.

Pueden utilizarse proporciones inferiores o superiores de ingrediente activo de acuerdo con el uso pretendido y las propiedades físicas del compuesto. Algunas veces son convenientes unas relaciones más altas de agente tensoactivo a ingrediente activo y se consiguen mediante la incorporación a la formulación o por mezclado en tanque.

15 Los diluyentes sólidos típicos están descritos en la obra de Watkins y colaboradores, "Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers", 2ª edición, Dorland Books, Caldwell, New Jersey. Para los polvos mojables se prefieren los diluyentes más adsorbentes y los más densos para los polvos finos. Los diluyentes y disolventes líquidos típicos están descritos en la obra de Marsden, "Solvents Guide", 2ª edición, Interscience, New York, 1950. Para los concentrados en suspen-

1 sión se prefiere una solubilidad inferior al 0,1 %; preferi-
blemente, los concentrados en solución son estables frente
a la separación de fases a 0°C. En las obras "McCutcheon's
Detergents and Emulsifiers Annual", MC Publishing Corp.,
5 Ridgewood, New Jersey, así como en la de Sisely y Wood,
"Encyclopedia of Surface Active Agents", Chemical Publishing
Co., Inc., New York, 1964, se encuentran listas de agentes
tensoactivos y de sus aplicaciones recomendadas. Todas las
formulaciones pueden contener cantidades minoritarias de adi-
10 tivos para reducir la formación de espuma, el apelmazamiento,
la corrosión, el crecimiento microbiológico, etc.

Los métodos de preparación de estas composiciones son
muy conocidos. Las soluciones se preparan simplemente mez-
clando los ingredientes. Las composiciones sólidas finas se
15 preparan mezclando y habitualmente moliendo, por ejemplo en
un molino de martillos o de energía fluida. Las suspensio-
nes se preparan por molienda en mojado (véase, por ejemplo,
la patente estadounidense 3.060.084 de Littler). Los gránu-
los y granzas pueden prepararse rociando el material activo
20 sobre portadores granulados preformados o por técnicas de
aglomeración. Véase J.E. Browning, "Agglomeration", Chemical
Engineering, 4 de Diciembre de 1967, pag. 147ff y "Perry's
Chemical Engineer Handbook", 4ª edición, McGraw-Hill, New
York, 1963, pág. 8-59ff.

25 Para más información relativa a la técnica de la formu-

1 lación, véanse por ejemplo la siguiente referencia:

H.M. Loux, patente estadounidense 3.235.361, 15 de Febrero de 1966, Columna 6, línea 16 a Columna 7, línea 19 y Ejemplos 10 a 41.

5 R.W. Luckenbaugh, patente estadounidense 3.309.192, 14 de Marzo de 1967, Columna 5, línea 43 a Columna 7, línea 62 y Ejemplos 8, 12, 15, 39, 41, 52, 53, 58, 132, 138-140, 162-164, 166, 167, 169-182.

10 H. Gysin y E. Knusli, patente estadounidense 2.891.855, 23 de Junio de 1959, Columna 3, línea 66 a Columna 5, línea 17 y Ejemplos 1 a 4.

G.C. Klingman, "Weed Control as a Science", John Wiley & Sons, Inc., New York, 1961, pág. 81-96.

15 J.D. Fryer y S.A. Evans, "Weed Control Handbook", 5ª edición, Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1968, pág. 101-103.

En los siguientes ejemplos, todas las partes se dan en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 4

20 Polvo mojable

N'-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)carbamimidatoato de metilo	80 %
Alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
Ligninsulfonato sódico	2 %
Sílice sintética amorfa	3 %
25 Kaolinita	13 %

1 Los ingredientes se mezclan, se muelen a martillos hasta que casi todas las partículas sólidas son de un tamaño inferior a 50 micras y después se vuelven a mezclar los ingredientes.

5

EJEMPLO 5

Polvo mojable

N'-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipiridin-2-il)carbamimidotioato de metilo	50 %
Alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
Metilcelulosa de baja viscosidad	2 %
Tierra de diatomeas	46 %

10

Los ingredientes se mezclan, se muelen groseramente a martillos y después se muelen neumáticamente para producir partículas de ingrediente activo, casi todos los cuales son de un diámetro inferior a 10 micras. El producto se vuelve a mezclar antes de empaquetarlo.

15

EJEMPLO 6

Gránulos

Polvo mojable del Ejemplo 5	5 %
Gránulos de atapulgita (normas de Estados Unidos, 20-40 mallas; 0,84-0,42 mm)	95 %

20

Una suspensión del polvo mojable que contiene alrededor del 25 % de sólidos se rocía sobre la superficie de gránulos de atapulgita en una mezcladora de doble cono. Los gránulos se secan y empaquetan.

25

1

EJEMPLO 7

N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	25 %
Sulfato sódico anhidro	10 %
Ligninsulfonato cálcico crudo	5 %
Alquilnaftalensulfonato sódico	1 %
Bentonita cálcica/magnésica	59 %

5

10

15

Los ingredientes se mezclan, se muelen a martillos y después se humedecen con alrededor del 12 % de agua. La mezcla se extruye en forma de cilindros de unos 3 mm de diámetro que se cortan para producir granzas de unos 3 mm de longitud. Las granzas pueden utilizarse directamente después de secarlas o bien las granzas secas pueden ser machacadas hasta que atraviesan un tamiz del nº 20 de las normas de Estados Unidos (apertura de 0,84 mm). Los gránulos que son retenidos en un tamiz del nº 40 (apertura de 0,42 mm) pueden ser empaquetados para uso y los finos reciclados.

EJEMPLO 8Suspensión oleosa

20

N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	25 %
Hexaoleato de polioxietilensorbitol	5 %
Aceite hidrocarbonado altamente alifático	70 %

25

Los ingredientes se muelen juntos en un molino de arena hasta que las partículas sólidas se han reducido a un tamaño inferior a unas 5 micras. La suspensión resultante

1 puede ser aplicada directamente pero preferiblemente des-
pués de haberla extendido con aceite o emulsionado en
agua.

EJEMPLO 9

5 Polvo mojable

N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	20 %
Alquilnaftalensulfonato sódico	4 %
Ligninsulfonato sódico	4 %
Metilcelulosa de baja viscosidad	3 %
10 Atapulgita	69 %

Los ingredientes se mezclan bien. Después de moler en un molino de martillos para producir partículas casi todas de un tamaño inferior a 100 micras, el material se vuelve a mezclar y se tamiza por un tamiz del nº 50 de las normas de Estados Unidos (apertura de 0,3 mm) y se empaqueta.

15

EJEMPLO 10

Gránulos de baja concentración

N'-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	1 %
20 N,N-dimetilformamida	9 %
Gránulos de atapulgita (20-40 mallas, normas de Estados Unidos)	90 %

25

El ingrediente activo se disuelve en el disolvente y la solución se pulveriza sobre gránulos de atapulgita desprovistos de polvo, en una mezcladora de doble cono. Cuan-

1 do se ha completado la pulverización de la solución, la mezcladora se deja funcionar durante un corto tiempo y después se empaquetan los gránulos.

EJEMPLO 11

5 Suspensión acuosa

N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	40 %
Acido poliacrílico espesante	0,3 %
Eter dodecilfenílico de polietilenglicol	0,5 %
Fosfato disódico	1 %
Fosfato monosódico	0,5 %
Alcohol polivinílico	1,0 %
Agua	56,7 %

10 Los ingredientes se mezclan y se muelen en un molino de arena para producir partículas casi todas de un tamaño inferior a 5 micras.

EJEMPLO 12

Gránulos de baja concentración

N'-(2,5-dimetoxifenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipiridin-2-il)carbamimidotioato de metilo	0,1 %
20 Gránulos de atapulgita (20-40 mallas, normas de Estados Unidos)	99,9 %

25 El ingrediente activo se disuelve en un disolvente y la solución se pulveriza sobre gránulos de atapulgita desprovistos de polvo en una mezcladora de doble cono. Una vez completada la pulverización de la solución, el material se

1 calienta suavemente para evaporar el disolvente. Se deja enfriar el material y se empaqueta.

EJEMPLO 13

Gránulos

5	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	80 %
	Agente humectante	1 %
	Ligninsulfonato crudo (conteniendo 5-20 % de azúcares naturales)	10 %
	Arcilla de atapulgita	9 %

10 Los ingredientes se mezclan y se muelen hasta que atraviesan un tamiz de 100 mallas. Este material se introduce después en un granulador de lecho fluido, se ajusta al caudal de aire para fluidificar suavemente al material y se pulveriza sobre el material fluidificado una fina rociada

15 de agua. La fluidificación y la pulverización se prosiguen hasta que se obtienen gránulos del intervalo de tamaños deseado. Se interrumpe la pulverización pero se prosigue la fluidificación, opcionalmente con aplicación de calor, hasta que la cantidad de agua se reduce al nivel deseado, generalmente inferior al 1 %. Después se descarga el material,

20 se tamiza al intervalo de tamaños deseado, generalmente 14-100-mallas (1410-149 micras) y se empaqueta para su uso.

25

1

EJEMPLO 14

Concentrado de gran potencia

	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipiridin-2-il)carbamimidotioato de metilo	99 %
	Aerogel de sílice	0,5 %
5	Sílice amorfa sintética	0,5 %

Los ingredientes se mezclan y muelen en un molino de martillos para producir un material que casi en su totalidad atraviesa un tamiz del nº 50 de las normas de Estados Unidos (apertura de 0,3 mm). El concentrado puede ser formulado de nuevo si es necesario.

10

EJEMPLO 15

Polvo mojable

	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpiridin-2-il)carbamimidotioato de metilo	90 %
15	Diocilsulfosuccinato sódico	0,1 %
	Sílice fina sintética	9,9 %

Los ingredientes se mezclan y muelen en un molino de martillos para producir partículas casi todas las cuales son de un tamaño inferior a 100 micras. El material se tamiza por un tamiz del nº 50 de las normas de Estados Unidos y después se empaqueta.

20

EJEMPLO 16

Polvo mojable

25	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipiridin-2-il)carbamimidotioato de metilo	40 %
	Ligninsulfonato sódico	20 %
	Arcilla de montmorillonita	40 %

1 Los ingredientes se mezclan bien, se muelen grose-
ramente a martillos y después se muelen neumáticamente pa-
ra producir partículas casi todas las cuales son de un ta
maño inferior a 10 micras. El material se vuelve a mezclar
5 y después se empaqueta.

EJEMPLO 17

Suspensión oleosa

	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimi- din-2-il)carbamimidotioato de metilo	35 %
10	Mezcla de ésteres carboxílicos de polialcoholes y sulfonatos de petróleo solubles en aceite	6 %
	Xileno	59 %

Los ingredientes se combinan y muelen en un molino
de arena para producir partículas casi todas ellas de un
tamaño inferior a 5 micras. El producto puede ser utili-
15 zado directamente, extendido con aceite o emulsionado en
agua.

EJEMPLO 18

Granzas extruídas

20	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipiri- midin-2-il)carbamimidotioato de metilo	25 %
	Sulfato sódico anhidro	10 %
	Ligninsulfonato cálcico crudo	5 %
	Alquilnaftalensulfonato sódico	1 %
	Bentonita cálcica/magnésica	59 %

25 Los ingredientes se mezclan, se muelen a martillos

1 y después se humedecen con alrededor del 12 % de agua. La
mezcla se extruye en forma de cilindros de unos 3 mm de
diámetro que se cortan para producir granzas de unos 3 mm
de longitud. Las granzas pueden ser utilizadas directamen-
5 te después de secar o bien las granzas secas pueden ser ma-
chacadas hasta que atraviesan un tamiz del nº 20 de las
normas de Estados Unidos, (apertura de 0,84 mm). Los grá-
nulos retenidos en un tamiz del nº 40 (aperturas de 0,42
mm) pueden ser empaquetados para su uso y los finos reci-
10 clados.

EJEMPLO 19

Suspensión oleosa

	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipirimi- din-2-il)carbamimidotioato de metilo	25 %
15	Hexaoleato de polioxietilensorbitol	5 %
	Aceite hidrocarbonado altamente alifático	70 %

Los ingredientes se muelen en un molino de arena
hasta que las partículas sólidas se han reducido a un ta-
maño inferior a unos 5 micras. La suspensión resultante
20 puede ser aplicada directamente pero preferiblemente des-
pués de extenderla con aceites o emulsionarla en agua.

EJEMPLO 20

Suspensión acuosa

25	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4,6-dimetoxipiri- midin-2-il)carbamimidotioato de metilo	40 %
----	--	------

1	Acido poliacrílico espesante	0,3 %
	Eter dodecilfenílico de polietilenglicol	0,5 %
	Fosfato disódico	1,0 %
	Fosfato monosódico	0,5 %
5	Alcohol polivinílico	1,0 %
	Agua	56,7 %

Los ingredientes se mezclan y se muelen en un molino de arena para producir partículas casi todas ellas de un tamaño inferior a 5 micras..

10

EJEMPLO 21

Gránulos de baja concentración

	N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metilpirimidin-2-il)carbamimidotioato de metilo	0,1 %
	Gránulos de atapulgita (20-40 mallas de las normas de Estados Unidos)	99,9 %

15

El ingrediente activo se disuelve en un disolvente y la solución se pulveriza sobre gránulos de atapulgita desprovistos de polvo en una mezcladora de doble cono. Una vez completada la pulverización de la solución, el material se calienta suavemente para evaporar el disolvente. El material se deja enfriar y después se empaqueta.

20

UTILIDAD

Los compuestos de esta invención son útiles como herbicidas. Pueden ser aplicados como pre-emergencia o post-emergencia para el control selectivo de las malas hierbas en los cultivos o para el control de la vegetación in-

25

1 deseable en las zonas no cultivadas, tales como malas hier-
bas y arbustos que crecen en zonas industriales, patios de
almacenamiento, a lo largo de las vallas y de los cimien-
tos de los edificios, a lo largo de las vías férreas y ser-
5 vidumbres de paso, etc. Seleccionando adecuadamente la pro-
porción y el tiempo de aplicación, los compuestos de esta
invención pueden utilizarse para modificar beneficiosamen-
te el crecimiento de las plantas.

La cantidad exacta de compuesto de Fórmula I a uti-
lizar en cualquier situación dada variará de acuerdo con
el resultado final determinado deseado, el uso implicado,
las malas hierbas a controlar, el tipo de terreno, la for-
mulación y el modo de aplicación, las condiciones atmosféri-
cas, etc. Como intervienen tantas variables, no es posible
15 establecer una proporción de aplicación adecuada para todas
las situaciones. En sentido amplio, los compuestos de esta
invención se utilizan en proporciones de aproximadamente
0,01 a 20 kg/Ha, con una proporción preferida de 0,1 a
10 kg/Ha. Generalmente se seleccionarán las proporciones
20 inferiores de la gama para los terrenos más ligeros, para
el control selectivo de las malas hierbas en los culti-
vos o en situaciones donde no es necesaria una persisten-
cia máxima.

En general, las propiedades más altas de aplica-
25 ción dentro de estos límites se seleccionarán para condi-

1 ciones adversas o cuando se desea una prolongada persisten-
cia en el terreno.

Los compuestos de Fórmula I pueden combinarse con otros
herbicidas y son especialmente útiles en combinación con
5 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea, triazinas como 2-clo-
ro-4-(etilamino)-6-(isopropilamino)-s-triazina, uracilos
como 5-bromo-3-sec-butil-6-metiluracilo, N-(fosfonometil)-
glicina, 3-ciclohexil-1-metil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
10 (1H,3H)-diona, N,N-dimetil-2,2-difenilacetamida, ácido 2,4-
diclorofenoxiacético (y compuestos estrechamente relaciona-
dos), 4-cloro-2-butinil-3-clorofenilcarbamato, éster del
ácido diisopropiltiolcarbámico con el alcohol 2,3-dicloro-
alílico, éster S-(2,3,3-tricloroalílico) del ácido diiso-
propiltiolcarbámico, N-benzoil-N-(3,4-diclorofenil)-2-ami-
15 nopropionato de etilo, metilsulfato de 1,2-dimetil-3,5-
difenilpirazolio, 2-[4-(2,4-diclorofenoxi)fenoxi]propanoato
de metilo, 4-amino-6-ter-butil-3-(metiltio)-1,2,4-triazin-
5(4H)ona, 3-(3,4-diclorofenil)-1-metoxi-1-metilurea, 2,2-
dióxido de 3-isopropil-1H-2,1,3-benzotiodiazin-(4)-3H-ona,
20 α,α,α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-toluidina, ión
1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio, metanoarsonato monosódico,
2-cloro-2',6'-diethyl(metoximetil)acetanilida y 1,1-dime-
til-3-(α,α,α -trifluor-m-tolil)urea.

La actividad de estos compuestos fue descubierta en
25 ensayos en invernadero. A continuación se describen los

1 ensayos y se indican los datos obtenidos en los mismos.

Las puntuaciones para los compuestos probados por los Procedimientos A a C descritos más adelante son las siguientes:

5

0 = efecto nulo

& ó 10 = efecto máximo

B = quemadura

C = clorosis o necrosis

D = defoliación

10

E = inhibición de la emergencia

G = retraso del crecimiento

H = efectos formativos

U = pigmentación desusada

6F = floración retrasada.

15

PROCEDIMIENTO DE ENSAYO A

20

En un medio de cultivo se siembran semillas de garranchuelo (Digitaria esp.), cereig (Echinochloa crusgalli), avena loca (Avena fatua), cassia (Cassia tora), ipomea (Ipomoea esp.), cadillo (Xanthium esp.), sorgo, maíz, soja, arroz, trigo y tubérculos de juncia (Cyperus rotundus) y se someten a un tratamiento de pre-emergencia con una solución en un disolvente no fitotóxico de los compuestos indicados en la Tabla VIII. Al mismo tiempo se siembran como controles otra serie de semillas y tubérculos de todas las malas hierbas y plantas cultivables anteriores. Las

25

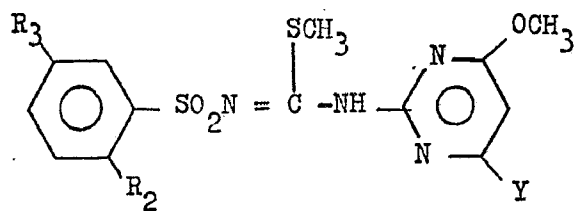
1 plantaciones de control no se someten a tratamiento, es
decir, no se aplica ningún compuesto ni ningún disolvente.
Al mismo tiempo, se rocían con una solución de los compues-
tos indicados en la Tabla VII en un disolvente no fitotó-
5 xico unas plantitas de algodón con cinco hojas (incluidas
las cotiledonarias), alubias de riñón arbustivas con la
segunda hoja trifoliada en expansión, garranchuelo con dos
hojas, cerreig con dos hojas, avena loca con una hoja,
casia con tres hojas (incluidas las cotiledonarias), ipomea
10 con cuatro hojas (incluidas las cotiledonarias), cadillo
con cuatro hojas (incluidas las cotiledonarias), sorgo con
tres hojas, maíz con tres hojas, soja con dos hojas coti-
ledonarias, arroz con dos hojas, trigo con una hoja y jun-
cia con tres-cinco hojas. Otros grupos de las mismas malas
15 hierbas y plantas cultivables se rocían con el mismo disol-
vente no fitotóxico para constituir las plantas de control.
Las plantas sometidas a tratamiento de pre-emergencia y
post-emergencia y los controles se mantienen en un inverna-
dero durante 16 días y después todas las plantas tratadas
20 se comparan con sus controles respectivos y su respuesta al
tratamiento se clasifica visualmente.

Las clasificaciones para los compuestos ensayados se
encuentran en la Tabla VIII.

25

1

TABLA VIII



5

R_2	Cl	Cl	CH_3O	CH_3O
R_3	H	H	CH_3O	CH_3O
Y	CH_3	CH_3O	CH_3O	CH_3O
kg/Ha	0,4	0,4	0,4	2,0

10

Post-emergencia

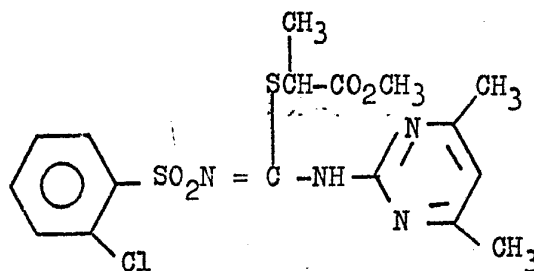
ALUBIA ARBUSTIVA	3C, 3H, 9G	2C, 7H	5G	2C, 2H, 7G
ALGODON	2C, 3H, 9G	2C, 3H, 8G	1C, 2H	2C, 2H, 5G
IPOMEA	9G	2C	1C	5G
CADILLO	2H, 8G	1C	6F	6F
15 CASIA	9C	1C, 6G	2C, 5G	5G
JUNCIA	0	5G	4G	6G
GARRANCHUELO	1C, 4G	4G	4G	1C, 5G
CERREIG	9C	8H	1C, 8H	2H, 7G
AVENA LOCA	7G	2G	0	2G
20 TRIGO	8G	0	0	2G
MAIZ	2U, 9G	5G	2H, 8G	8G
SOJA	2C, 9G	3H, 8G	1C, 5G	5G
ARROZ	2C, 9G	5G	4G	6G
25 SORGO	3U, 9G	3G	2H, 7G	8G

1.

TABLA VIII (continuación)

<u>R₂</u>	<u>Cl</u>	<u>Cl</u>	<u>CH₃O</u>	<u>CH₃O</u>
<u>Pre-emergencia</u>				
	8G	5G	5G	5G
5	8G	10E	0	6G
	9G	5G	0	1G
	5G	5G	0	0
	2C, 8G	5G	0	2G
	9H	4C	0	2G
10	8G	0	0	4G
	9H	0	0	4G
	9G	3C	3G	0
	9H	1C	0	1G
	10E	4G	2G	2G
15	9G	2C	0	0

20



kg/Ha

0,4

Post-emergencia

	6S	9G	6Y	
25	2H	5C	9G	

1

TABLA VIII (continuación)

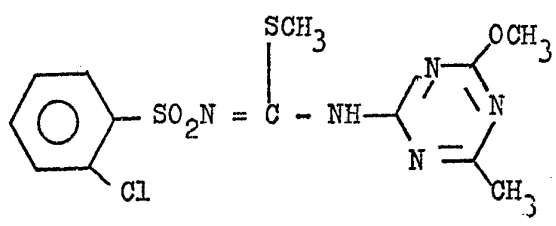
	SORGO	1G	8G
	MAIZ	5U	8G
5	SOJA	4C	9G
	TRIGO	3C	8G
	AVENA LOCA	4C	7G
	ARROZ	2C	8G
	CERREIG	9C	
10	GARRANCHUELO	1C	6G
	IPOMEA	3C	5G
	CADILLO	1H	
	CASIA	9C	
	JUNCIA	5G	
15	<u>Pre-emergencia</u>		
	SORGO	1C	9G
	MAIZ	9G	
	SOJA	5H	
	TRIGO	8G	
20	AVENA LOCA	1C	8G
	ARROZ	10E	
	CERREIG	9H	
	GARRANCHUELO	1C	7G
	IPOMEA	9G	
25	CADILLO	8G	

1

TABLA VIII (continuación)

CASIA	2G	
JUNCIA	1C	6G

5



10

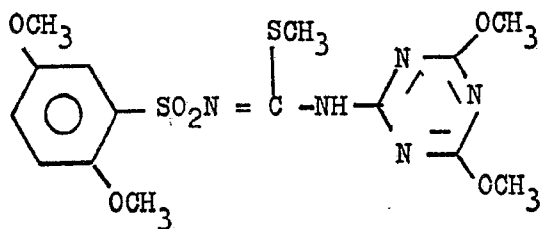
kg/Ha 0,4

Post-emergencia

ALUBIA ARBUSTIVA	9C	
ALGODON	6C	9G
SORGO	2C	8G
15 MAIZ	5U	9G
SOJA	9C	
TRIGO	1C	
AVENA LOGA	1C	
20 ARROZ	5C	8G
CERREIG	9C	
GARRANCHUELO	2C	5G
IPOMEA	10C	
CADILLO	9C	
25 CASIA	9C	

TABLA VIII (continuación)

1	JUNCIA	-		
	<u>Pre-emergencia</u>			
	SORGO	1G	9U	
5	MAIZ	1U	9G	
	SOJA	8H		
	TRIGO	4G		
	AVENA LOCA	2G		
	ARROZ	9H		
10	CERREIG	1G	9H	
	GARRANCHUELO	5G		
	IPOMEA	9G		
	CADILLO	-		
	CASIA	8G		
15	JUNCIA	0		



20	kg/Ha	0,4		
	<u>Post-emergencia</u>			
	ALUBIA ARBUSTIVA	3G	9G	6Y
	ALGODON	4C	9G	
25	SORGO	10C	8G	

1

TABLA VIII (continuación)

	MAIZ	2C	6G
	SOJA	2C	7G
	TRIGO	2G	
5	AVENA LOCA	3C	
	ARROZ	2C	5G
	CERREIG	2C	7H
	GARRANCHUELO	3G	
	IPOMEA	5C	9G
10	CADILLO	2C	
	CASIA	2C	7G
	JUNCIA	2G	
	<u>Pre-emergencia</u>		
	SORGO	7G	
15	MAIZ	1C	7G
	SOJA	2C	
	TRIGO	5G	
	AVENA LOCA	4G	
	ARROZ	9H	
20	CERREIG	7G	
	GARRANCHUELO	1C	
	IPOMEA	5G	
	CADILLO	2C	
	CASIA	2C	5G
25	JUNCIA	4G	

1

PROCEDIMIENTO DE ENSAYO B

5

10

15

20

25

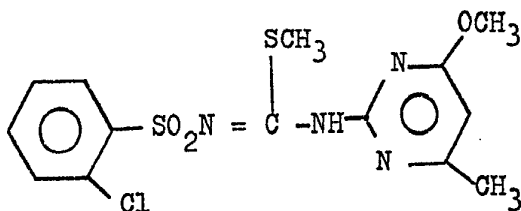
Dos bandejas de plástico para bulbos se llenan con tierra arcillosa de aluvión de Fallsington, fertilizada y calcificada. Una bandeja se siembra con semillas de maíz, sorgo y varias malas hierbas herbáceas. La otra bandeja se siembra con semillas de soja, tubérculos de juncia púrpura (Cyperus rotundus), y semillas de varias malas hierbas de hoja ancha. Se siembran las siguientes semillas de malas hierbas herbáceas y de hoja ancha: garranchuelo (Digitaria sanguinalis), erreig (Echinochloa crusgalli), avena loca (Avena fatua), cañota (Sorghum halepense), almorejo gigante (Setaria faberii), pelosa azul de Kentucky (Poa pratensis), bromo (Bromus secalinus), mostaza (Brassica arvensis), cadillo (Xanthium pennsylvanicum), bleo (Amaranthus retroflexus), grama (Paspalum dilatatum), ipomea (Ipomoea hederacea), casia (Cassia tora), sida (Sida spinosa), gordolobo (Abutilon theophrasti), y hierba talpera (Datura stramonium).

Una maceta de 5 pulgadas (12,7 cm) de diámetro también se llena con tierra preparada y se siembra con semillas de arroz y trigo. Otra maceta de 5 pulgadas (12,7 cm) se siembra con semillas de remolacha azucarera. Los cuatro recipientes anteriores se someten a un tratamiento de pre-emergencia con soluciones del compuesto indicado en la Tabla IX en disolventes no fitotóxicos (es decir, soluciones de dicho compuesto pulverizadas sobre la superficie de la tierra antes

1 de la germinación de las semillas. Se preparan duplicados
de los recipientes sembrados antes descritos sin tratamien-
to y se utilizan como controles.

5 Veintiocho días después del tratamiento, se evalúan
las plantas tratadas y las de control y los datos registra-
dos se encuentran en la Tabla IX.

TABLA IX



HERBICIDA DE PRE-EMERGENCIA

Tierra arcillosa de aluvión de Fallsington

15

<u>Proporción, kg/Ha</u>	<u>1/4</u>	<u>1/16</u>
Garranchuelo	5G	0
Cerreig	9G, 7H	7G, 7H
Sorgo	9G, 9C	7G, 5H
Avena loca	5C	3G
20 Cañota	7G, 5H	6G
Gramma	5G, 5C	0
Almórejete gigante	9G, 9C	5G, 3H
Pelosa azul Ky.	10E	8G
Bromo	7G, 5C	3C, 5G
25 Remolacha azucarera	9G, 9C	3C, 6G

1

TABLA IX (continuación)

	Maíz	9G, 9H	5G, 5H
	Mostaza	10C	8G
	Cadillo	0	0
5	Bledo	10C	7G
	Juncia	10C	0
	Ipomea	5G	0
	Casia	10C	0
	Sida	10C	9C, 6G
10	Gordolobo	10C	5G
	Hierba talpera	7G, 3C	4G
	Soja	5G, 3H	2H
	Arroz	8G, 8H	8G, 5H
	Trigo	6G	0

15

PROCEDIMIENTO DE ENSAYO C

20

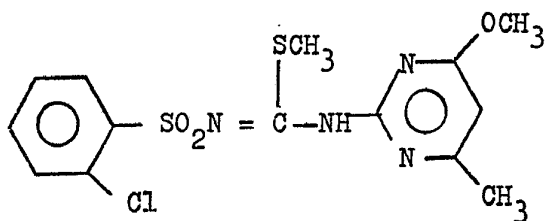
Unas macetas de plástico de 25 cm de diámetro, llenas de tierra arcillosa de aluvión de Fallsington, se siembran con soja, algodón, alfalfa, maíz, arroz, trigo, sorgo, gordolobo (Abutilon theophrasti), sesbania (Sesbania exaltata), casia (Cassia tora), ipomea (Ipomoea esp.), hierba talpera (Datura stramonium), cadillo (Xanthium pennsylvanicum), garranchuelo (Digitaria esp), juncia (Cyperus rotundus), erreig (Echinochloa crusgalli), almorejo gigante (Setaria faberii), y avena loca (Avena fatua), Aproximadamente dos se-

25

1 y la tierra alrededor de las mismas se pulverizan totalmen-
 te con el compuesto de la Tabla X disuelto en un disolven-
 te no fitotóxico. Otros grupos de las mismas malas hierbas
 y plantas de cultivo se pulverizan con el mismo disolvente
 5 no fitotóxico para proporcionar las plantas de control. Ca-
 torce días después del tratamiento, todas las plantas trata-
 das se comparan con los controles de disolvente no fitotó-
 xico y su respuesta al tratamiento se clasifica visualmente,
 obteniéndose los datos presentados en la Tabla X.

10

TABLA X



15

Tratamiento sobre la capa superior de la tierra/fo-
 llaje

<u>Proporción, kg/Ha</u>	<u>1/16</u>	<u>1/32</u>	<u>1/4</u>	<u>1/16</u>
Soja	8G, 5B	5G	10G, 7C	6C, 10G
20 Gordolobo	10G, 5C	0	10G, 7C	8G, 3H
Sesbania	8G, 7C	0	10G, 9C	8G, 4C
Casia	6G, 2C	-	10G, 3C	7G
Algodón	7G, 2C	3G	10G, 4C	8G, 2C
Ipomea	10G, 8C	0	10G, 7C	9G, 5C
25 Alfalfa	10G, 8C	3G	10G, 5C	7G

1

TABLA X (continuación)

	<u>Proporción, kg/Ha</u>	<u>1/16</u>	<u>1/32</u>	<u>1/4</u>	<u>1/16</u>
	Hierba talpera	6G	0	9G,3C	9G,3C
	Cadillo	2G	0	4G	4G
5	Maíz	10G	7G,5H	8G,2U	8G,2U
	Garranchuelo	0	0	2G	0
	Arroz	7G,3C	4G	10G,2C	10G
	Juncia	0	0	0	0
	Cerreig	8G,3H	2G	10G,2C	10G
10	Trigo	2G	0	7G	3G
	Almorejo gigante	4G	2G	10G	8G
	Avena loca	5G	0	9G	6G
	Sorgo	8G,3H	5G	10G	10G

15

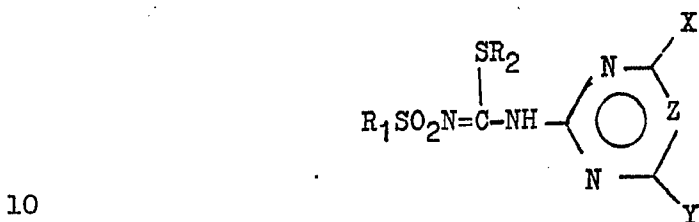
20

25

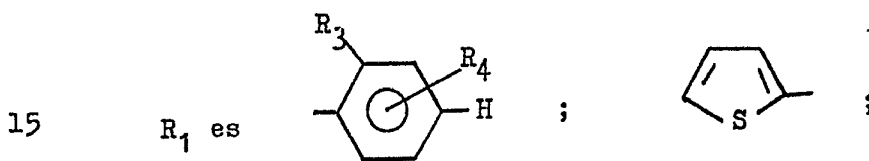
1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

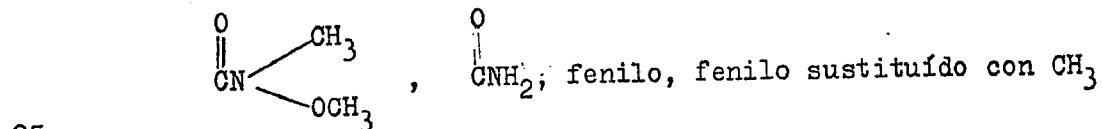
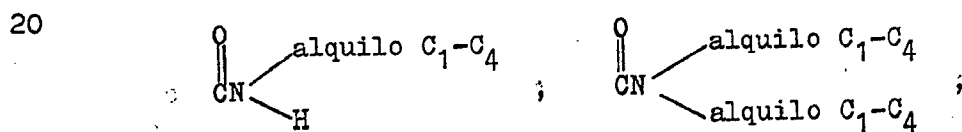
5 1. Un procedimiento para la preparación de N-hetero
ciclil-N'-(arilsulfonil)carbomimiditatos de fórmula:



o una sal agrícolamente adecuada del mismo, donde



R_2 es alquilo C_1-C_{10} ; $CH_2CH_2OCH_3$; $CH_2CH_2OCH_2CH_3$;
 $CH_2CH_2CH_2OCH_3$; CH_2A , $-CH-A$ donde A es $CO_2-(alquilo C_1-C_4)$,
 CH_3



o cloro, CN, alqueno C_2-C_4 o alquino C_2-C_4 ;

1 R_3 es H, F, Cl, Br, CH_3 , CH_3O , NO_2 , CF_3 , $CH_3S(O)_n$, $COOR_5$ o $CONR_6R_7$;

R_4 es H, F, Cl, Br, CH_3 , CH_3O , NO_2 , CF_3 o $CH_3S(O)_n$; donde $n = 0, 1$ ó 2 ;

5 R_5 es alquilo C_1-C_4 o alquenoilo C_3-C_4 ;

R_6 es H, CH_3O o alquilo C_1-C_3 ;

R_7 es H o alquilo C_1-C_3 ;

X es CH_3 , CH_3O , CH_3CH_2O o CH_3OCH_2 ;

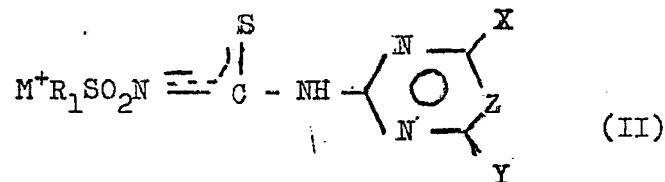
Y es CH_3 ó CH_3O y

10 X es CH o N;

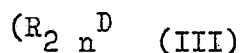
con la condición de que R_3 y R_4 son diferentes entre sí cuando uno de ellos es NO_2 o CF_3 y

cuando R_6 es CH_3O , R_7 es CH_3 cuyo procedimiento comprende hacer reaccionar una sal de un ácido carbamimidotico de

15 fórmula (II):



20 con un agente alquilante de fórmula (III):

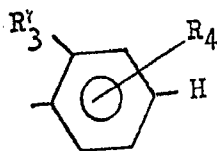


donde R_1, R_2, X, Y y Z son los definidos anteriormente; D es SO_4 , Cl , B_r o I ; M es un metal alcalino o alcalinotérreo y n es un número entero correspondiente a la valencia de D .

25

1 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, don
 de R₁ es

5



3. Un procedimiento según la reivindicación 2, don
 de R₃ es Cl, Br, CH₃, CH₃O, NO₂ o CO₂R₅ y
 10 R₄ es H o Cl.

4. Un procedimiento según la reivindicación 2, don
 de R₂ es alquilo C₁-C₆, CH₂CH₂OCH₃, CH₂CH₂OC₂H₅, CH₂CH₂CH₂OCH₃,
 CH₂A o -CHA, donde A es CO₂-(alquilo C₁-C₄), CH, -CH=CH₂
 15 o -C≡CH.

5. Un procedimiento según la reivindicación 4, don
 de R₃ es Cl, Br, CH₃, CH₃O, NO₂ ó CO₂R₅ y
 R₄ es H o Cl.

6. Un procedimiento según la reivindicación 5, don
 20 de R₄ es H y
 R₃ es Cl, CH₃, NO₂ o CO₂R₅.

7. Un procedimiento según la reivindicación 6, don
 de R₂ es alquilo C₁-C₄ -CH₂A o -CHA, donde A es CO₂CH₃,
 25

1 $\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$, CN o $\text{CH}=\text{CH}_2$.

8. Un procedimiento según la reivindicación 7, donde
de X es CH_3 ; u OCH_3 .

5 de R_2 es CH_3 ;

R_3 es Cl , CH_3 o NO_2 y

R_4 es H , Cl o CH_3 .

10 10. Un procedimiento según la reivindicación 1 donde
de el nombre del compuesto obtenido es
 $N'-(2,5\text{-dimetoxifenilsulfonil})-N-(4,6\text{-dimetoxipirimidin-2-}$
 $\text{il})\text{carbamimidotioato de metilo}$.

15 11. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde
el nombre del compuesto objetino es
 $N'-(2\text{-clorofenilsulfonil})-N-(4,6\text{-dimetoxipirimidin-2-il})-$
 $\text{carbamimidotioato de metilo}$.

20 12. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde
el nombre del compuesto obtenido es
 $N'-(2\text{-clorofenilsulfonil})-N-(4\text{-metoxi-6-metilpirimidin-2-}$
 $\text{il})\text{carbamimidotioato de metilo}$.

20 13. Un procedimiento según la reivindicación 1 donde
el nombre del compuesto obtenido es
 $N'-(2\text{-clorofenilsulfonil})-N-(4,6\text{-dimetoxi-1,3,5-triazin-}$
 $2\text{-il})\text{carbamimidotioato de metilo}$.

25 14. Un procedimiento según la reivindicación 1 donde
de el nombre del compuestos obtenido es

1 N'-(2-clorofenilsulfonil)-N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin
-2-il)carbamimidotioato de metilo.

15. Un procedimiento según la reivindicación 1 donde
el nombre del compuesto obtenido es

5 2-[(2-clorofenilsulfonilimino) (4-metoxi-6-metilpirimidin-2-
ilamino)metiltio]propionato de metilo.

16. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la patente de invención que se solicita: UN PRO
CEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE N-HETEROCICLIL-N'-(ARILSUL
10 FONIL)CARBAMIMIDOTIATOS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre
sente memoria descriptiva que consta de sesenta y nueve pági-
nas mecanografiadas.

15 Madrid, 29 Mayo 1979
BERNARDO UNGRIA

P. U.



20

25