

311499



ABR. 1963

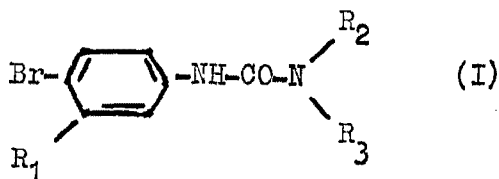
P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DERIVADOS DE UREA",
a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada
en BASILEA (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que, en reacción de curso sor-
prendentemente bueno y con excelente rendimiento, se obtie-
nen derivados de urea bromados, de la fórmula general

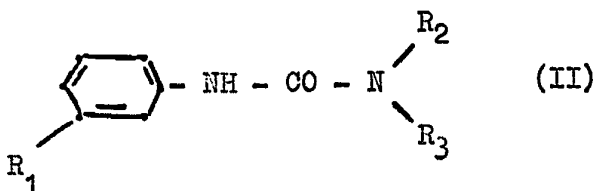




311499

donde

- R_1 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alkilo o alcoxi inferior o un átomo de halógeno,
5. R_2 significa un átomo de halógeno o un grupo alkilo o alcoxi inferior, y
- R_3 significa un grupo alkilo inferior, en tanto que R_2 y R_3 , junto con el átomo de nitrógeno, pueden ser también miembros de un sistema cíclico,
10. si se tratan, con agentes de bromación, derivados de urea de la fórmula general



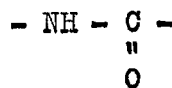
donde

- R_1 , R_2 y R_3 tienen el mismo significado expuesto antes.
- 15.

Los compuestos obtenidos de esta manera son extraordinariamente aptos para combatir las malas hierbas y, según la concentración utilizada o respectivamente el tipo de la



substitución de R₁ a R₃, pueden emplearse como herbicidas de acción total o también de acción selectiva. El procedimiento de este invento tiene por lo tanto la ventaja de hacer asequibles de una manera sumamente sencilla y ahorra-
 5. tiva los valiosos compuestos de la fórmula general (I). El curso tranquilo y uniforme de la reacción no podía preverse en este caso, pues los productos de partida para bromar presentan otros grupos reactivos, por ejemplo, el grupo



10. en lo que hubiera debido esperarse una penetración del bromo.

- Como compuestos de asequibilidad sumamente buena que pueden prepararse según este invento, cabe citar los de la fórmula general (I) en los que R₁ significa un átomo de hidrógeno, un grupo metilo o metoxi o un átomo de haló-
 15. geno, R₂ significa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, etilo o metoxi, R₃ significa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y R₂ y R₃, junto con el nitrógeno, pueden ser miembros de un sistema cíclico de 5 a 6 miembros. En-
 20. tre estos compuestos cabe destacar a su vez aquéllos en los que R₁ significa un átomo de hidrógeno, un grupo metilo o un átomo de bromo o respectivamente de cloro, R₂ significa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo o metoxi, R₃ significa un grupo metilo, etilo, propilo o butilo, o bien R₂ y R₃
 25. junto con el nitrógeno, significan un radical morfolinico.

Como materiales de partida que pueden bromarse según



el procedimiento de este invento cabe citar, a título de ejemplo:

- la N-fenil-N'-dimetilurea,
- la N-fenil-N',N'-dietilurea,
- 2. la N-3-clorofenil-N'-metilurea,
- la N-3-clorofenil-N',N'-dimetilurea,
- la N-fenil-N'-metil-N'-metoxiurea,
- la N-3-etoxifenil-N',N'-dimetilurea,
- la N-3-metilfenil-N',N'-dimetilurea,
- 10. la N-3-clorofenil-N',N'-morfolinurea,
- la N-3-clorofenil-N'-metil-N'-butilurea,
- la N'-fenil-N',N'-morfolinurea,
- la N-fenil-N'-metilurea, y
- la N-fenil-N'-metoxiurea.
- 15. La bromación de los compuestos de partida puede efectuarse en presencia de agua o con exclusión del agua.

Los derivados de urea que sirven de materiales de partida se broman convenientemente en presencia de un disolvente o dispersante, en el que están disueltos o suspendidos, y asimismo en ocasiones, en presencia de un agente combinador de ácido, por ejemplo acetato sódico.
- 20. En concepto de disolventes o dispersantes para los materiales de partida que se han de bromar entran en consi-

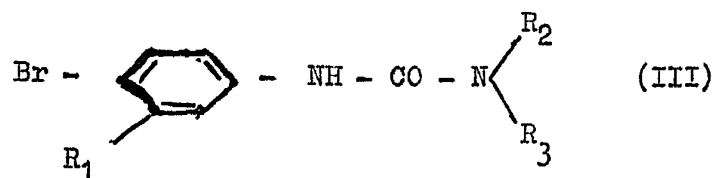
311499



ceración, por ejemplo: el ácido acético glacial, el cloroformo, el tetracloruro de carbono, el nitrobenzeno, el ácido sulfúrico, el agua y la piridina.

- La bromación puede efectuarse con bromo propiamente dicho o también con un compuesto que desprenda bromo;
5. en este caso entran en consideración los compuestos orgánicos e inorgánicos conocidos que contienen bromo y son aptos para la bromación de materias orgánicas, y de ellos tanto los que de por sí desprenden bromo como aquellos de los se libera bromo en el curso de una reacción química. A título
10. de ejemplo cabe citar: el ácido hipobromoso o sus sales, en especial las sales alcalinas o alcalinotérreas, como el hipobromito sódico o cálcico; los compuestos orgánicos que desprenden bromo, como por ejemplo las N-Br-carbonamidas o
15. -imidas, en particular la N-Br-succinimida; los compuestos de adición de bromo a compuestos orgánicos, por ejemplo a piridina, como verbigracia el dibromuro de piridina, y agentes de bromación semejantes.

20. Son además objeto del invento que aquí se expone agentes para combatir la vegetación indeseable, caracterizados por contener como materia activa un compuesto de la fórmula general.



311499



donde

- R_1 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o alcoxi inferior o un átomo de halógeno,
5. R_2 significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alcoxi inferior y
- R_3 significa un grupo alquilo inferior, en tanto que
10. R_2 y R_3 , junto con el nitrógeno, pueden ser también miembros de un sistema cíclico, con la condición de que cuando R_2 significa un radical de alquilo inferior o un átomo de hidrógeno, R_1 debe significar un grupo alquilo o alcoxi inferior o un átomo de cloro,
15. y eventualmente, además, uno por lo menos de los aditivos siguientes; vehículos inertes, disolventes, diluentes, emulgentes, dispersantes, humectantes, fijadores, fertilizantes, fungicidas, bactericidas, nematocidas, insecticidas y asimismo otros herbicidas.
20. Entre estos agentes son particularmente aptos como herbicidas los que contienen como materias activas los compuestos de la fórmula general antes expuesta en los que R_1 significa un grupo alquilo o alcoxi inferior o un átomo de cloro, R_2 significa un grupo alquilo o alcoxi inferior,
25. R_3 significa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y R_2 y R_3 , junto con el nitrógeno, pueden ser también miembros de un radical morfolínico.

Las materias activas pueden emplearse en forma

3 1 1 4 9 9



- emulsionada, dispersa o disuelta o en medios para pulverizar, por sí solas, o junto con otros agentes para el exterminio de las malas hierbas, como por ejemplo, aril-alkil-ureas tri- y tetra-substituídas, ácidos fenoxi-alcancarboxílicos halogenados, ácidos benzoicos o ácidos fenilacéticos halogenados, ácidos grasos halogenados o respectivamente sus sales, ésteres y amidas; con fertilizantes; o también con agentes antiparasitarios, como por ejemplo hidrocarburos clorados o ésteres de ácidos fosfórico. Por otra parte, son también apropiadas para la combinación las materias activas de acción básica como las aminas terciarias o cuaternarias de acción herbicida. Asimismo cabe incorporar a estos agentes carbamatos, tiocarbamatos, ésteres de ácido ditiocarbámico o derivados de la s-triazina de acción herbicida. También pueden emplearse conjuntamente heterociclos de acción herbicida, como por ejemplo el 2-clorobenzotiazol, el 5-amino-1,2,4-triazol, la hidrazida de ácido maleico, la 3,5-dimetil-tetrahidro-1,3,5-tiadiazin-2-tiona, la 1'-fenil-4-amino-5-cloro-piridazona-6, el 3-isopropil-5-homo-6-metil-uracilo e igualmente materias herbicidas más sencillas, como el pentaclorofenol, el dinitrocresol, el dinitrobutilfenol, el ácido nartilitalamínico o el isotiocianato de metilo.

- Para la preparación de soluciones directamente rociables entran en consideración, por ejemplo, las fracciones de aceite mineral con gama de ebullición alta hasta mediana, como el aceite Diesel o el queroseno, además de los aceites de alquitrán de hulla y los aceites de origen vegetal o animal, lo mismo que hidrocarburos, como las naftalinas alkiladas y la tetrahidronaftalina, eventualmente con empleo de mezclas xilénicas, ciclohexanoles, cetonas y también hidro-



carburos clorados, como el tetracloroetano, el tricloroetileno o los tri- y tetra-clorobencenos.

- Las formas de aplicación acuosas se preparan a base de concentrados para emulsión, pastas o polvos de aspersión humectable, mediante adición de agua. En concepto de agentes emulgentes o dispersantes entran en consideración los productos no ionógenos, por ejemplo los productos de la condensación con óxido de etileno de alcoholes alifáticos, aminas o ácidos carboxílicos provistos de un radical hidrocarburo de cadena larga de unos 10 a 30 átomos de carbono, como el producto de condensación de alcoholes octadecílico y 25 a 30 moles de óxido de etileno, o el de ácido de grasa de soja y 30 moles de óxido de etileno, o el de oleil-amina técnica y 15 moles de óxido de etileno, o el de dodecil-mercaptano y 12 moles de óxido de etileno. Entre los emulgentes anionactivos a que puede recurrirse, cabe citar: la sal sódica del éster de alcohol dodecílico y ácido sulfúrico, la sal sódica del ácido dodecibencensulfónico, la sal potásica o trietanolamínica del ácido oleico, del ácido abietínico o de mezclas de estos ácidos, o la sal sódica de un ácido petroleosulfónico. Como dispersantes cationactivos entran en consideración los compuestos amónicos cuaternarios, como el bromuro de cetil-piridinio o el cloruro de dioxietilbencil-dodecilamonio.
5. Para la preparación de polvos y agentes para esparcir pueden utilizarse como vehículos sólidos el talco, el caolín, la bentonita, el carbonato cálcico, el fosfato cálcico y también el carbón, el aserrín de corcho, el aserrín de madera y otros materiales de origen vegetal.
10. Muy conveniente es también la composición de los preparados
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



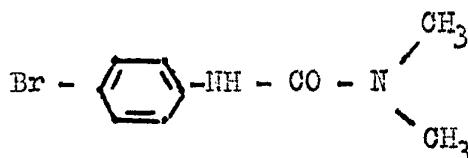
- en forma granulada. Las diferentes formas de empleo pueden estar provistas de la manera ordinaria con adición de materias que mejoren la distribución, la adherencia, la resistencia a la lluvia o el poder de penetración; como materias de esta índole cabe citar: ácidos grasos, resinas, cola, caseína o, por ejemplo, también alginatos. Además, los nuevos agentes de acción selectiva pueden utilizarse asimismo junto con fertilizantes, por ejemplo mezclados con éstos.
- 5.
10. Los agentes de este invento sirven tanto para el exterminio selectivo de las malas hierbas entre las plantas de cultivo como para el exterminio total y el aniquilamiento de la vegetación indeseable. Por "malas hierbas" se entienden también aquí las plantas de cultivo no deseadas, o sea cultivadas previamente o en las cercanías.
15. Objeto de este invento son además los compuestos de la fórmula general (II) expuesta antes. Aquí cabe destacar otra vez los compuestos en los que R_1 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o alcoxi inferior o un átomo de halógeno, R_2 significa un grupo alcoxi inferior y R_3 significa un grupo alquilo inferior, en tanto que R_2 y R_3 , junto con el nitrógeno, pueden significar también el radical morfólico.
- 20.

En los ejemplos que siguen, la temperatura es indicada en grados centígrados y las partes significan partes en peso.

= 10 = 3 1 1 4 9 9



EJEMPLO 1.



5. Se disuelven 24,0 g de N-fenil-N',N'-dimetilurea en 100 cc de ácido acético glacial, se trata la solución con 12,3 g de acetato sódico anhidro y se añaden a 70°C y en el curso de 30 minutos 24 g de bromo, disueltos en 30 cc de ácido acético glacial. El bromo es absorbido inmediatamente por la solución. Al cabo de 20 minutos más, se enfría la solución y se la deslie en 800 cc de
10. agua, con lo que se precipita inmediatamente, en forma sólida, la N-4-bromofenil-N',N'-dimetilurea. Se separa el producto filtrado por succión, se le agita bien en solución de sosa diluida y se vuelve a filtrar por succión; después de lavar con agua y secar en vacío, se obtienen
15. 32 g de producto bruto, con punto de fusión 175-177°C. Recristalizado en acetonitrilo, el producto de la bromación muestra un punto de fusión de 172-174°C. El punto de fusión mixto con N-4-bromofenil-N',N'-dimetilurea obtenida por otra vía (a partir de isocianato de 4-bromofenil+dimetilamina) es
20. de 173-174°C.

Análisis: $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{ON}_2\text{Br}$

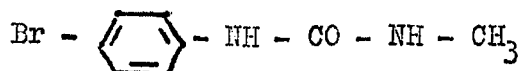
Calculado: C 44,46% H 4,56% Br 32,87%

Hallado : C 44,71% H 5,07% Br 32,32%

= 11 = 3 1 1 4 9 9

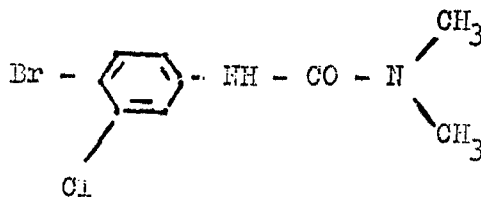


De manera análoga se obtiene el compuesto de la fórmula



por bromación de N-4-bromofenil-N'-metilurea.

5. EJEMPLO 2.



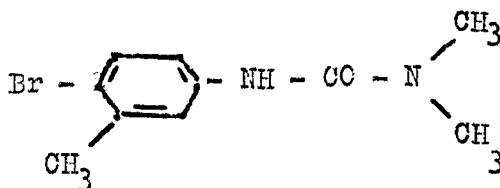
10. Se disuelven en ácido acético glacial 0,15 moles = 29,8 g de N-3-clorofenil-N',N'-dimetilurea y se broman tal como se ha expuesto en el ejemplo 1. El rendimiento bruto de N-3-cloro-4-bromofenil-N',N'-dimetilurea es de 40 g; el punto de fusión del producto bruto es de 162-166°C. Recristalizado en acetonitrilo, el compuesto funde a 165-168°C.

15. Análisis : $\text{C}_9\text{H}_{10} \text{O} \text{N}_2 \text{Cl} \text{Br}$

Calculado: Cl 12,77% Br 28,79%

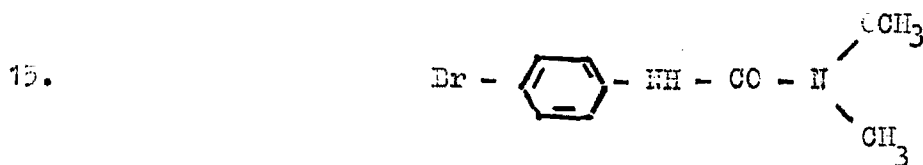
Hallado : Cl 12,62% Br 28,67%

311499

EJEMPLO 3.

5. De la manera que se ha descrito en el ejemplo 1 se broman 0,1 mol = 26,7 g de N-3-metilfenil-N',N'-dimetil-urea. El rendimiento bruto de N-3-metil-4-bromofenil-N',N'-dimetilurea es de 35 g. Recristalizando en acetonitrilo, el punto de fusión del preparado es de 153-156°C; y después de varias recristalizaciones, de 155-157°C.

10. Análisis: $\text{C}_{10} \text{H}_{13} \text{O} \text{N}_2 \text{Br}$
- Calculado: C 46,71% H 5,14% Br 31,08%
- Hallado : C 46,79% H 5,10% Br 30,77%

EJEMPLO 4.

Se disuelven en 100 cc de ácido acético glacial 21 g de N-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea, se trata la solución con 12,3 g de acetato sódico anhidro y se bromo a 70°C.

311499



El rendimiento bruto de N-4-bromofenil-N'-metil-N'-metoxiurea es de 34 g; punto de fusión del producto bruto, 91-94°C. Recristalizando en ciclohexano, el punto de fusión es de 95-96°C. El punto de fusión de una N-4-bromo-fenil-N'-metil-N'-metoxiurea preparada, según

5. método conocido, a partir de isocianato de p-bromofenilo y O,N-dimetil-hidroxilamina es de 95,5-96°C; el punto de fusión mixto de esta última con el compuesto preparado por bromación según el invento es de 94,5-95,5°C.

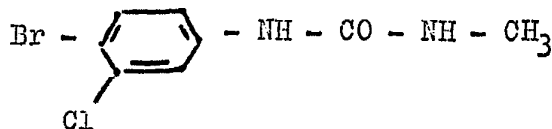
Análisis C₉H₁₁ O₂ N₂ Br

Calculado: C 41,72% H 4,28% Br 30,84%

Hallado : C 41,89% H 4,43% Br 30,61%

10. De manera análoga se obtiene, por bromación de la N-3-cloro-N'-metil-N'-metoxiurea, la N-3-cloro-4-bromofenil-N'-metil-N'-metoxiurea.

EJEMPLO 9.



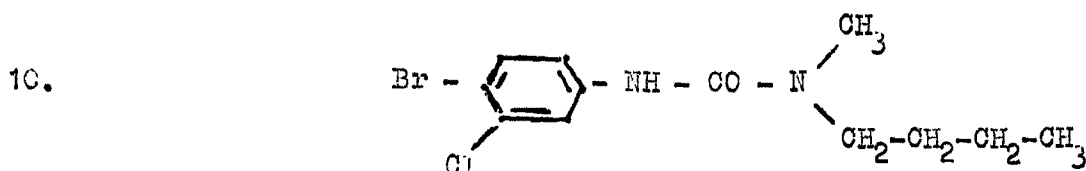
15. Se disuelven a 75°C, en 80 cc de ácido acético glacial, 18,5 g de N-3-clorofenil-N'-metilurea; a esta solución se añaden, agitando, 8,1 g de acetato sódico seco y se instilan 16 g de bromo disueltos en 30 cc de ácido acético glacial. Al cabo de 30 minutos se agita la solución en hielo, con lo cual



el producto se precipita inmediatamente en forma sólida. Después de secar en vacío, el rendimiento bruto es de 25,5 g. Punto de fusión, 147-150°C. Recristalizando en acetonitrilo, el punto de fusión sube a 155-157°C.

5. Análisis: C₈ H₈ O N₂ Br Cl
- Calculado: C 36,46% H 3,06% N 10,63% Cl 13,45% Br 30,32%
- Hallado : C 36,51% H 2,93% N 10,73% Cl 13,12% Br 30,30%

EJEMPLO 6.



15. Se disuelven en 100 cc de ácido acético glacial, a 75°C, 35,0 g de N-3-clorofenil-N'-metil-N'-butil-urea y, a dicha temperatura, se trata la solución con 12,3 g de acetato sódico anhidro. Agitando bien, se instilan en el curso de ½ hora 24 g de bromo, disueltos en 30 cc de ácido acético glacial. El bromo añadido es absorbido inmediatamente por la solución. Después de agitar durante 1 hora,
20. se deja enfriar la solución y se la vierte en hielo, con lo que el producto de la bromación se precipita al principio en forma resinosa, pero después de algún reposo se solidifica formando una masa sólida. Se tritura esta masa, se la lava con agua sódica y se la seca en vacío. El rendimiento bruto es de 45,5 g y el punto de fusión de 89-91°C.
- 25.

3 1 1 4 9 9



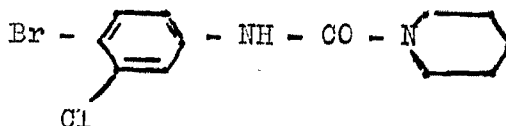
Análisis: $C_{12} H_{16} O N_2 Cl Br$

Calculado: N 8,76% Cl 11,09%

Hallado : N 8,69% Cl 11,33%

EJEMPLO 7.

5.



15.

De la manera que se ha descrito en el ejemplo 1, se broman 48 g de N-morfolin-3-clorocarbanilida (de punto de fusión 127-131°C). En rendimiento bruto en N-morfolin-3-cloro-4-bromo-carbanilida es de 56,5 g. El punto de fusión del producto bruto es de 115°C. Después de recristalización en acetonitrilo, el punto de fusión es de 145-147°C.

Análisis: $C_{11} H_{12} O_2 N_2 Cl Br$

Calculado: C 41,34% H 3,78% N 8,77% Cl 11,09% Br 25,01%

Hallado : C 41,56% H 3,91% N 8,92% Cl 11,03% Br 24,46%

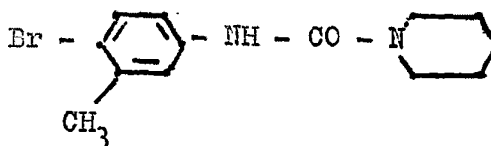
311499



EJEMPLO 8.

De la manera que se ha descrito en el ejemplo 1, se broma N-morfolin-3-metilcarbanilida (de punto de fusión 124-125°C). El producto de la bromación corresponde a la fórmula

5.



Punto de fusión: 183°C.

Análisis: C₁₂ H₁₅ O₂ Br N₂

Calculado: N = 9,36%

10.

Hallado : N = 9,15%

EJEMPLO 9.

15.

10 g de cada uno de los compuestos que se han descrito en los ejemplos 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, se tratan independientemente con 2 grados de lejía residual de celulosa sulfítica y 100 cc de agua y a continuación se someten a una molturación intensiva, con lo que se originan dispersiones estables y de partículas finas 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8, que contienen los compuestos correspondientes mencionados antes y que pueden diluirse con agua de cualquier manera.



3 1 1 4 9 9

EJEMPLO 10.

5. En el invernadero se llenan de tierra unas macetas y se siembran éstas con semillas de las plantas siguientes: Avena sativa, Setaria italica, Dactylis glomerata, Sinapis alba, Medicago sativa, Lepidium sativum y Calendula chrysantha.

10. Dos días después de la siembra, se tratan las macetas con una de las dispersiones 2 a 5 y 7 a 8 correspondientes al ejemplo 9. La cantidad aplicada corresponde a 10 kg de materia activa por hectárea. Al cabo de 4 semanas, las plantas de ensayo que se trataron con las dispersiones 2, 3 y 4 del ejemplo 9 han perecido por completo o casi por completo. Con las dispersiones 5 y 8 la avena sativa y con la dispersión 7 la Setaria italica y la Avena sativa no experimentan prácticamente daño alguno durante el mencionado tiempo de ensayo.

15.

EJEMPLO 11.

20. Se siembran en el invernadero unas macetas con semillas de las siguientes especies vegetales:

Avena sativa, Setaria italica, Dactylis glomerata, Sinapis alba, Medicago sativa, Lepidium sativum y Calendula chrysantha.

25. Al cabo de 10 a 14 días de la siembra, se tratan las plantas con caldos de aspersion, preparados a base de las dispersiones 2 a 5 y 7 y 8 del ejemplo 9, aplicando una cantidad de 10 kg de materia activa por hectárea cada vez. Dos o tres semanas después del tratamiento, todas las plan-



tas de ensayo han perecido por completo o casi por completo.

EJEMPLO 12.

En el invernadero, se llenan de tierra unas macetas y se siembran éstas con semillas de las plantas siguientes:

5. Medicago sativa, Lactuca sativa, Spinacia oleracea, Linum usitatissimum, Cannabis sativa, Daucus carota, Beta vulgaris, Poa trivialis, Alopecurus pratense y Allium cepa.

10. Dos días después de la siembra, se tratan las macetas con las dispersiones 2, 4 y 7 del ejemplo 9. La cantidad aplicada corresponde a 6 kg de materia activa por hectárea. Cuatro semanas después del tratamiento, las plantas tratadas con dichas dispersiones han perecido por completo o casi por completo.

15. Se obtienen resultados correspondientes si se hace actuar las dispersiones dos semanas después de la siembra, sobre las plantas de ensayo ya brotadas.

EJEMPLO 13.

20. En el invernadero se llenan de tierra unas macetas y se siembran éstas con semillas de las especies vegetales siguientes:

25. Medicago sativa, Lactuca sativa, Spinacia oleracea, Linum usitatissimum, Beta vulgaris, Allium cepa, Daucus carota, Phaseolus vulgaris y Triticum vulgare.



9. Dos días después de la siembra se tratan las macetas con la dispersión 6 del ejemplo 9 en cantidad de aplicación correspondiente a 6 kg de materia activa por hectárea. Cuatro semanas después del tratamiento, todas las plantas han perecido por completo o casi por completo, con excepción de la *Daucus carota*, el *Phaseolus vulgaris* y el *Triticum vulgare*, que han sido respetadas por completo o han sido inhibidas muy ligeramente. Se obtiene también un resultado correspondiente si la actuación de dicha dispersión se efectúa unas dos semanas después de la siembra, sobre las plantas de ensayo ya brotadas.

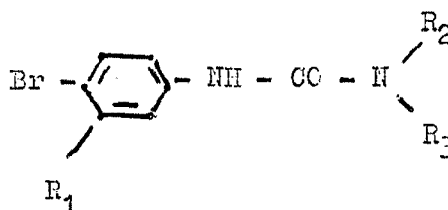
10.



N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara como no divulgado ni practicado en España, lo comprendido en las siguientes reivindicaciones:

- 5. 1. Procedimiento para la preparación de derivados de urea, de la fórmula general

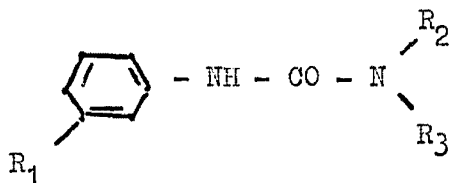


donde

- 10. R₁ significa un átomo de hidrógeno, un grupo de alquilo o alcoxi inferior o un átomo de halógeno,
- R₂ significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alcoxi inferior, y
- R₃ significa un grupo alquilo inferior, en tanto que
- 15. R₂ y R₃ junto con el átomo de nitrógeno, pueden ser también miembros de un sistema cíclico,



caracterizado por tratarse con agentes de bromación, derivados de urea de la fórmula general

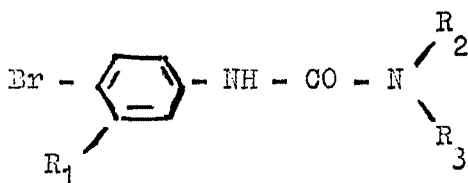


donde

5. R₁, R₂ y R₃ tienen el mismo significado expuesto antes en esta reivindicación.

2. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, para la preparación de derivados de urea de la fórmula general

10.



donde

R₁ significa un átomo de hidrógeno, un grupo metilo o metoxi o un átomo de halógeno,

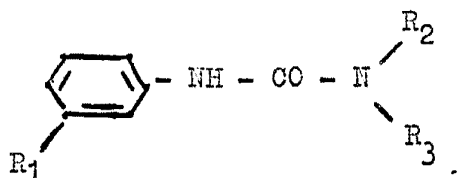
15. R₂ significa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, etilo o metoxi,



R₃ significa un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, y

R₂ y R₃ juntos con el átomo de nitrógeno, pueden ser miembros de un radical morfolínico,

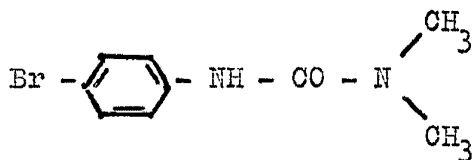
5. caracterizado por tratarse, con agentes de bromación derivados de urea de la fórmula general



donde

10. R₁, R₂ y R₃ tienen el mismo significado expuesto en esta reivindicación.

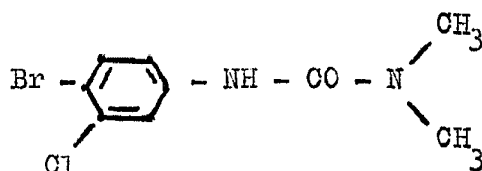
3. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, para la preparación del compuesto de la fórmula



15. caracterizado por tratarse con un agente de bromación la N-fenil-N',N'-dimetilurea.



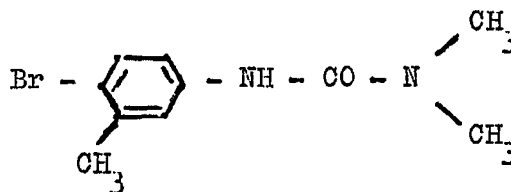
4. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, para la preparación del compuesto de la fórmula



5. caracterizado por tratarse con un agente de bromación la N-3-clorofenil-N',N'-dimetilurea.

5. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, para la preparación del compuesto de la fórmula

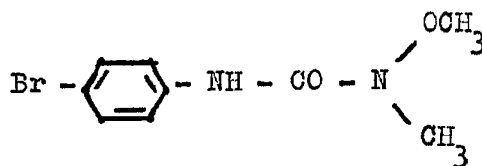
10.



caracterizado por tratarse con un agente de bromación la N-3-metilfenil-N',N'-dimetilurea.

6. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, para la preparación del compuesto de la fórmula

15.

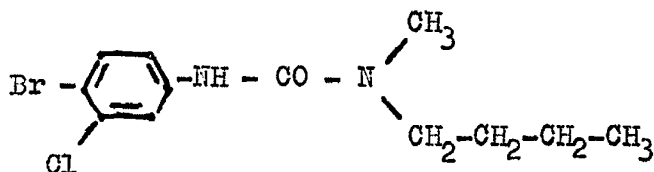




caracterizado por tratarse con un agente de bromación la N-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea.

7. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, para la preparación del compuesto de la fórmula

5.



caracterizado por tratarse con un agente de bromación la N-3-cloro-4-bromofenil-N'-n-butilurea.

10. 8. Procedimiento como se define en una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por emplearse, en concepto de agente de bromación, bromo o un compuesto inorgánico que desprenda bromo, en particular HOBr o sus sales alcalinas o alcalinotérreas, o un compuesto orgánico que desprenda bromo, en particular la N-bromo-succinimida o un producto de adición de bromo a un compuesto orgánico, en particular el dibromuro de piridina.

15. 9. Procedimiento como se define en una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por efectuarse la bromación en presencia de un disolvente o dispersante orgánico, así como, eventualmente, en presencia de un agente combinador de ácido.



10. Procedimiento como se define en una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por efectuarse la bromación en presencia de agua, así como, eventualmente, en presencia de un agente combinador de ácido.

5. 11. Procedimiento para la preparación de derivados de urea.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veinticinco hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

10. Madrid, a 6 de abril de 1.965.

p.a.

JAIME IGERN

p. p.