

CAS 6953/E

387,835



387835

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	C07 A01
SUBCLASE	D N

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE P-FLUORO-M-TRI-
FLUOROMETILFENILUREAS", a favor de la firma suiza
CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

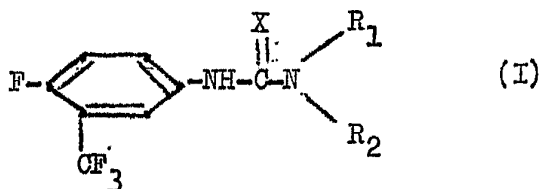
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos compuestos deri-
vados de la fenilurea, a su preparaci3n y a su empleo co-
mo materias activas en los agentes antiparasitarios,

Los nuevos compuestos est3n englobados en la
f3rmula general

5.



387835



en la que

R_1 significa hidrógeno o alquilo,

R_2 significa alquilo, alquenilo, alquinilo,

alcoxilo o fenilo insustituído o sustituido;

5.

o bien

R_1 y R_2 , junto con el átomo de nitrógeno unido a

ellos, forman un anillo heterocíclico

trigonal hasta heptagonal; y

X significa oxígeno o azufre.

10.

Las cadenas alquílicas, alquenílicas y alquinílicas que entran en cuenta para R_1 y R_2 contienen de 1 a 18 y respectivamente de 2 a 18 (para los radicales alquenílicos y respectivamente alquinílicos) átomos de carbono, pero preferentemente de 1 a 4 y respectivamente de 2 a 4

15.

átomos de carbono. Estas cadenas pueden ser ramificadas o lineales y estar insustituídas o sustituidas.

20.

En calidad de radicales alquílicos, alquenílicos y alquinílicos entran preferentemente en cuenta, en el cuadro de este invento, por ejemplo metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo normal, isobutilo, butilo secundario, butilo terciario, alilo, metilalilo, cloroalilo, metilpropenilo, propinilo o isobutinilo.

25.

Los grupos cicloalquílicos que entran en consideración para R_2 tienen de 3 a 6 átomos de carbono cíclicos. Ejemplos de tales grupos son: ciclopropilo, ciclobutilo,



387835

ciclopentilo y ciclohexilo.

Los substituyentes en los radicales alquílicos, alquenílicos, alquinílicos y fenílicos pueden ser de primer orden o de segundo orden.

5. Por substituyentes de primer orden deben entenderse aquí los donadores de electrones que refuerzan la basicidad. Entre otros, entran en cuenta los grupos siguientes: átomos de halógeno (como flúor, cloro, bromo o yodo); grupos de alcoxilo y alquiltio con 1 a 4 átomos de carbono, que pueden estar ramificados o no y presentar de 1 a 2 átomos de carbono; grupos de alcoxialquenileno inferior, para los que rigen también las definiciones que se han expuesto antes; grupos amínicos primarios, secundarios y, en particular, terciarios, en los que son substituyentes preferidos los grupos inferiores de alquilo y de alcohol; y grupos hidroxílicos y mercápticos.
10. Para los radicales fenílicos, entran en cuenta todavía como substituyentes los grupos de alquilo y de mono- y di-haloalquilo, para los cuales rigen también las definiciones que se han dado antes.
15. 20.

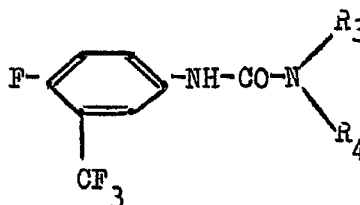
Por substituyentes de segundo orden deben entenderse los aceptores de electrones acidificantes. Entre otros, entran aquí en cuenta los grupos siguientes: grupos nitrosos, nítricos y ciánicos; grupos trihalogenalquílicos, en

387835



- los que el halógeno es preferentemente flúor y/o cloro; y grupos alquilsulfinílicos inferiores y alquilsulfonílicos inferiores que presentan un radical alquílico, ramificado o no, de 1 a 4 átomos de carbono, y preferentemente un radical alquílico no ramificado de 1 ó 2 átomos de carbono.
- 5.

Particular importancia tienen los compuestos de la fórmula



(II).

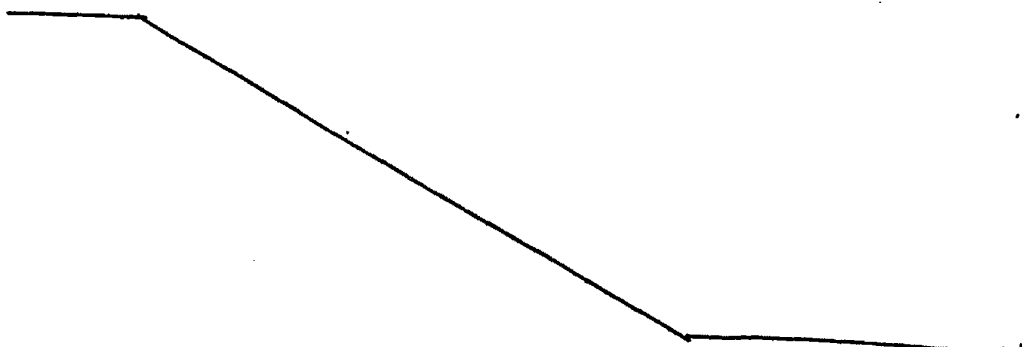
10. en la que

R_3 significa hidrógeno o un grupo alquílico de C_1-C_4 y

R_4 significa un grupo alquílico de C_1-C_4 , alquénico de C_2-C_4 , alquínico de C_2-C_4 , alcoílico de C_1-C_4 o fenílico substituído.

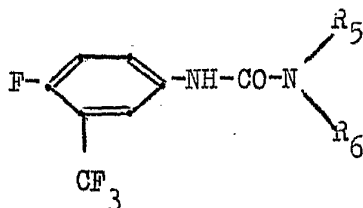
- 15.

Representantes preferidos de la fórmula (II) son los compuestos de la fórmula





387835



(III)

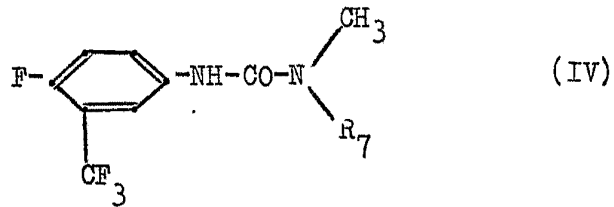
5. en la que
- R₅ significa hidrógeno o metilo y
- R₆ significa metilo, trifluorometilo, metoxilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo normal, isobutilo, butilo secundario, butilo terciario, alilo, metilalilo, cloroalilo, metilpropenilo, propinilo, iso-butinilo o un grupo fenílico substituído por uno o varios átomos de halógeno, iguales o diferentes, o radicales de -CF₃, -NO₂, alquilo de C₁-C₄, alcoxilo de C₁-C₄, alquenilo de C₂-C₄, alquinilo de C₂-C₄, -CN, -SCN o
- 10.
- 15.
- $$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{-N} \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$$

A título de ejemplo de un compuesto apropiado de la fórmula (III), cabe aducir el siguiente:

20.



387835



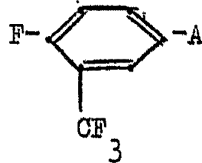
en la que

5. R_3 significa un grupo metílico o metoxílico.

Las fenilureas de las fórmulas (I) a (IV) son nuevas y se preparan por un método ya conocido; por ejemplo:

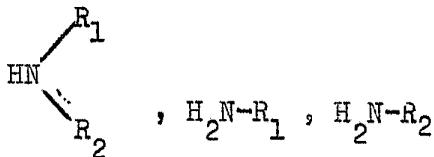
- a) por reacción de un radical aromático

10.



con una amina primaria o secundaria de la fórmula

15.

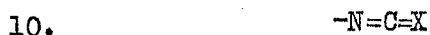
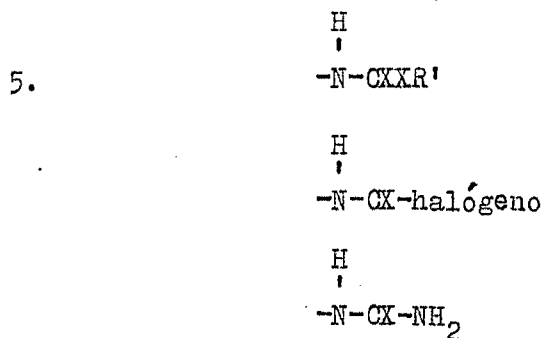


que juntos pueden formar la agrupación de urea.



387835

(R₁ y R₂ tienen aquí el significado que se les ha atribuido para la fórmula (I), mientras que A representa la agrupación

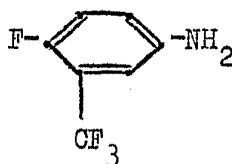


donde

R' = alquilo o arilo y
X = oxígeno o azufre);

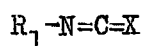
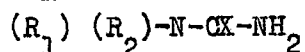
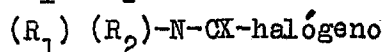
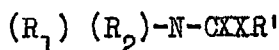
o bien

15. b) por reacción de una anilina de la fórmula



20. con un compuesto de la fórmula

387835



donde

R' = alquilo o arilo y

X = oxígeno o azufre;

en tanto que

10. R_1 y R_2 tienen el mismo significado que en la fórmula (I).

Los compuestos de la fórmula (I) presentan amplia acción biocida y pueden utilizarse para combatir a los parásitos vegetales y animales.

15. Actúan, por ejemplo, contra todos los estadios de desarrollo, como huevos, larvas y crisálidas de insectos.

20. Cabe destacar también los favorables índices de toxicidad para los animales de sangre caliente que presentan los compuestos de la fórmula (I) y de los agentes que los contienen.

Los nuevos compuestos presentan además buena actividad microbicida contra los hongos, en particular contra los hongos fitopatógenos, como Uromyces appendiculatus y

387855



Puccinia coronata. En las concentraciones que para ello se necesitan, no se advierte ningún perjuicio en las plantas.

5. Por otra parte, los compuestos de este invento tienen acción herbicida contra la vegetación indeseada. Esta acción puede lograrse tanto en el procedimiento de preemergencia como en el de postemergencia y se observa principalmente en cultivos importantes en gran escala, como cereales, arroz, maíz, remolacha azucarera, soja, algodón,
10. alfalfa, patatas, etcétera. Las cantidades de aplicación para ello pueden oscilar dentro de amplios límites, por ejemplo entre 0,1 y 10 kg de materia activa por hectárea; pero preferentemente se utilizan de 0,5 a 5 kg por hectárea.
15. Las materias de la fórmula I pueden utilizarse solas o junto con un vehículo apropiado y/o otras materias suplementarias. Los vehículos apropiados y las materias suplementarias apropiadas pueden ser sólidas o líquidas y corresponden a las materias usuales en la técnica de las formulaciones, como, por ejemplo, materias minerales naturales o
20. regeneradas, disolventes, diluentes, dispersantes, humectantes, fijadores, espesantes, ligantes o abonos. Además, pueden añadirse todavía otros compuestos biocidas. Tales compuestos biocidas pueden pertenecer, por ejemplo a la
25. clase de las ureas, de los ácidos grasos halogenados saturados,



387835

5. rados o insaturados, de los halobenzonitrilos, de los ácidos halobenzoicos, de los ácidos fenoxialquilcarboxílicos, de los carbamatos, de las triacinas, de los nitroalquilfenoles, de los compuestos orgánicos de ácido fosfórico, de las sales amónicas cuaternarias, de los ácidos sulfamínicos, de los arseniatos, de los arsenitos, de los boratos o de los cloratos.

Compuestos de esta índole son, por ejemplo:

A) Ureas substituídas

10. N-fenil-N',N'-dimetil-urea
N-fenil-N-hidroxi-N',N'-dimetil-urea
N-(4-clorofenil)-N',N'-dimetil-urea
N-(3,4-diclorofenil)-N',N'-dimetil-urea
N-(3,4-diclorofenil)-N-benzoil-N',N'-dimetil-urea
15. N-(4-clorofenil)-N'-metoxi-N'-metil-urea
N-(4-clorofenil)-N'-isobutinil-N'-metil-urea
N-(3,4-diclorofenil)-N'-metoxi-N'-metil-urea
N-(4-bromofenil)-N'-metoxi-N'-metil-urea
N-(4-clorofenil)-N'-metil-N'-butil-urea
20. N-(4-clorofenil)-N'-metil-N'-isobutil-urea
N-(2-clorofenoxifenil)-N',N'-dimetilurea
N-(4-clorofenoxifenil)-N',N'-dimetil-urea
N-(4-clorofenil)-N'-metil-N'-(1-butin-3-il)-urea
N-benzotiazol-2-il-N',N'-dimetilurea

387835



- N-benzotiazol-2-il-N'-metil-urea
- N-(3-trifluorometil-4-metoxifenil)-N',N'-dimetilurea
- N-(3-trifluorometil-4-isopropoxifenil)-N',N'-dimetil-
urea
5. N-(3-trifluorometilfenil)-N',N'-dimetilurea
- N-(4-trifluorometilfenil)-N',N'-dimetilurea
- N-(4-clorofenil)-N'-(3'-trifluorometil-4'-clorofenil)-
urea
- N-(3,4-diclorofenil)-N'-metil-N'-butilurea
10. N-(3-cloro-4-trifluorometilfenil)-N',N'-dimetilurea
- N-(3-cloro-4-etilfenil)-N',N'-dimetilurea
- N-(3-cloro-4-metilfenil)-N',N'-dimetilurea
- N-(3-cloro-4-etoxifenil)-N'-metil-N'-metoxiurea
- N-(3-cloro-4-metoxifenil)-N',N'-dimetilurea
15. N-(hexahidro-4,7-metanoindan-5-il)-N',N'-dimetilurea
- N-(2-metilciclohexil)-N'-fenilurea
- N-(4,6-dicloro-2-piridil)-N'-dimetilurea
- N'-ciclooctil-N,N-dimetilurea
- diclorourea
20. N'-4-(4-metoxifenoxi)-fenil-N,N-dimetilurea
- N'-(3-metilfenil)-N,N-dimetiltiurea
- 1,1-dimetil-3-[3-(N-tercibutilcarbamoiloxi)-fenil]-
urea
- O,N,N-trimetil-N'-4-clorofenil-isourea
25. N-3,4-diclorofenil-N',N'-dimetil-alfa-cloroformamidina
- tricloroacetato de N,N-dimetil-N'-fenil-urea
- tricloroacetato de N,N-dimetil-N'-4-clorofenil-
urea

387835



B) Triacinas substituídas

- 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triacina
2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina
2-cloro-4,6-bis-(metoxipropilamino)-s-triacina
5. 2-metoxi-4,6-bis-(isopropilamino)-s-triacina
2-dietilamino-4-isopropilacetamido-6-metoxi-
s-triacina
2-isopropilamino-4-metoxietilamino-6-metil-
mercapto-s-triacina
10. 2-metilmercapto-4,6-bis-(isopropilamino)-s-
triacina
2-metilmercapto-4,6-bis-(etilamino)-s-triacina
2-metilmercapto-4-etilamino-6-tercibutilamino-s-
triacina
15. 2-metilmercapto-4-etilamino-6-isopropilamino-s-
triacina
2-metilmercapto-4-metilamino-6-isopropilamino-
s-triacina
2-metoxi-4,6-bis-(etilamino)-s-triacina
20. 2-metoxi-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina
2-cloro-4,6-bis-(isopropilamino)-s-triacina
2-acido-4-metilmercapto-6-isopropilamino-s-triacina
2-acido-4-metilmercapto-6-secubutilamino-s-triacina
2-cloro-4-isopropilamino-6-(gamma-metoxipropila-
25. mino)-s-triacina



387835

2-(6-etilamino-4-cloro-s-triacin-2-ilamino)-

2-metilpropionitrilo

2-cloro-4-dietilamino-6-isopropilamino-s-triacina

2-metoxi-4,6-bis-(3-metoxipropilamino)-s-triacina

5. 2-metilmercapto-4-isopropilamino-6-(3-metoxipropilamino)-s-triacina

2-cloro-4-dietilamino-6-etilamino-s-triacina

2,4-bis-(3-metoxipropilamino-6-metiltio-1,3,5-triacina

10. 2-metiltio-4-isopropilamino-6-(gamma-metoxipropilamino)-1,3,5-triacina

2-cloro-4-etilamino-6-tercibutilamino-s-triacina

2-(4-cloro-6-etilamino-1,3,5-triacin-2-il-amino)-2-metilpropionitrilo

15. C) Fenoles

dinitro-secubutil-fenol o sus sales

pentaclorofenol o sus sales

3,5-dinitro-o-cresol

2,6-dibromo-4-cianofenol

20. 2,6-dicloro-4-cianofenol sales + ésteres

dinitro-tercibutilfenol sales + ésteres

dinitro-secuamil-fenol sales + ésteres

2-etoximetil-4,6-dinitrofenol sales + ésteres

2-tercibutil-4,6-dinitro-5-

25. metilfenol sales + ésteres



387835

D) Acidos carboxílicos, sales y ésteres

- ácido 2,4,6-triclorofenilacético
- ácido 2,3,6-triclorobenzoico y sales
- ácido 2,3,5,6-tetraclorobenzoico y sales
5. ácido 2,3,5,6-tetraclorotereftálico
- ácido 2-metoxi-3,5,6-triclorobenzoico y sales
- éster 2,4-dinitro-6-secubutil-fenílico de ácido
ciclopropan-carboxílico
- éster 2,4-dinitro-6-secubutil-fenílico de ácido
10. ciclopentan-carboxílico
- ácido 2-metoxi-3,6-diclorobenzoico y sales
- ácido 2-amino-2,5-diclorobenzoico y sales
- ácido 3-nitro-2,5-diclorobenzoico y sales
- ácido 2-metil-3,6-diclorobenzoico y sales
15. ácido 2,4-diclorofenoxiacético, sales y ésteres
- ácido 2,4,5-triclorofenoxiacético, sales y ésteres
- ácido (2-metil-4-clorofenoxi)-acético, sales y
ésteres
- ácido 2-(2,4,5-triclorofenoxi)-propiónico, sales
y ésteres
20. ácido 2-(2,4,5-triclorofenoxi)-etil-2,2-dicloro-
propiónico, sales y ésteres
- ácido 4-(2,4-diclorofenoxi)-butírico, sales y
ésteres
- ácido 4-(2-metil-4-clorofenoxi)-butírico, sales
25. y ésteres



387835

- propionato de metil-2-cloro-3-(4'-clorofenilo)
ácido 2-cloro-9-hidroxi-fluoren-9-carboxílico
ácido endo-oxo-hexahidroftálico
éster dimetílico de ácido tetracloroftálico
5. ácido 4-cloro-2-oxobenzotiazolin-3-il-acético
ácido 2,2,3-tricloropropiónico, sales y ésteres
ácido 2,2-dicloropropiónico, sales y ésteres
ácido (+)-2-(2,4-diclorofenoxi)-propiónico, sales
y ésteres
10. ácido 7-oxobiciclo(2,2,1)heptano-2,3-dicarboxílico
ácido 4-clorofenoxiacético, sales y ésteres
ácido giberelínico, sales y ésteres
ácido indolil-acético
ácido indolil-butírico
15. ácido (+)-2-(4-cloro-2-metilfenoxi)-propiónico,
sales y ésteres
N,N-dialil-cloroacetamida
ácido naftil-acético
ácido N-1-naftil-ftalimídico, sales y ésteres
20. ácido 4-amino-3,5,6-tricloro-picolínico, sales y
ésteres
ácido tricloroacético
ácido 4-(2,4,5-triclorofenoxi)-butírico, sales y
ésteres
25. ácido 2,3,5-triyodobenzoico, sales y ésteres
ácido bencimidoxiacético, sales y ésteres

387835



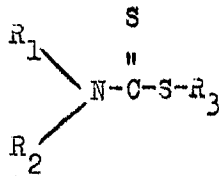
- bis-tricloroacetato de etilenglicol
dietilamida de ácido cloroacético
2,6-dicloro-tiobenzamida
2,6-diclorobenzonitrilo
5. N,N-dimetil-alfa,alfa-difenilacetamida
difenilacetanitrilo
N-hidroximetil-2,6-dicloro-tiobenzamida

E) Derivados de ácido carbámico

- éster isopropílico de ácido carbámico
10. éster metílico de ácido 3,4-dicloro-carbámico
éster isopropílico de ácido m-cloro-carbámico
éster 4-cloro-2-butinílico de ácido m-cloro-
carbámico
- éster isopropílico de ácido m-trifluorometil-
carbámico
15. carbamato de 2,6-di-tercibutil-4-tolil-N-metilo
carbamato de 3-(metoxicarbonilamino)-fenil-N-
3-tolilo
- carbamato de 4-cloro-2-butinil-N-(3-clorofenilo)
20. 2-isopropil-4-(metilcarbamoiloxi)-carbanilato de
metilo

y además el dialato, el N,N-dipropil-S-etiltiocarbamato,
los molinatos y los ditiocarbamatos de la fórmula general

387835



en la que

5. R_1 , R_2 y R_3 significan un radical alquílico o alquénico inferior;
- R_1 y R_2 , junto con el átomo de nitrógeno unido a ellos, constituyen un anillo de 5, 6 ó 7 miembros, eventualmente alquilado, con un total de 6 ó 7 átomos de carbono, en el que los grupos exo alquílicos deben estar ligados a los átomos de carbono vecinos del átomo de nitrógeno; y
10. R_3 representa el radical etílico, propílico, n-butílico o isobutílico,
15. entre ellos especialmente
- el ditiocarbamato de N-butil-N-etil-S-propilo
 - el ditiocarbamato de N,N-diisobutil-S-propilo
 - el ditiocarbamato de N,N,S-tripropilo
20. el ditiocarbamato de N-isobutil-N-alil-S-propilo
- el ditiocarbamato de N-isobutil-N-metalil-S-etilo
- el ditiocarbamato de N-isobutil-N-metalil-S-propilo



387835

- el ditiocarbamato de N,N-dimetilil-S-propilo
el tiocarbamato de N-butil-N-etil-S-propilo
el tiocarbamato de N,N,S-tripropilo
lo mismo que
5. el carbamato de N-(4-aminobenzosulfonil)-metilo
el carbamato de 1-metilprop-2-il-N-(3-clorofenilo)
el carbamato de isopropil-N-(3-clorofenilo)
el tiocarbamato de S-2,3-dicloroalil-N,N-diiso-
propilo
10. el carbamato de S-etil-N,N-dipropiltiol
el ácido N-metil-ditiocarbámico
el carbamato de S-propil-N-butil-N-etil-tiol
el carbamato de 3-(m-tolilcarbamoiloxi)-fenilo
el carbamato de isopropil-N-fenilo
15. el ditiocarbamato de 2-cloroalil-N,N-dietilo
el carbamato de metil-N-(3,4-diclorofenilo)
el carbamato de S-2,3,3-tricloroalil-N,N-diiso-
propil-tiol
el carbamato de S-propil-N,N-dipropil-tiol
20. el tiociclohexancarbamato de S-etil-N-etilo
el carbamato de 3,4-diclorobencil-metilo
el carbamato de S-etil-N-hexahidro-1H-acepin-tiol
el carbamato de 2,6-di-terciobutil-4-metilfenil-
N-metilo
25. el carbamato de metil-N-(4-nitrobenzosulfonilo)
el (tiocarbamato de) N,N-hexametil-S-isopropilo

387835



- el carbamato de S-etil-N,N-diisobutil-tiol
- el carbamato de 2-clorobutinil-N-(3-clorofenilo)
- la D-N-etil-2-(fenilcarbamoiloxi)-propionamida
- el carbamato de S-etil-N,N-diisobutil-tiol y
- 5. el carbamato de metil-N'-(N'-metoxicarbamoil-sulfanililo)

F) Anilidas

- 3,4-dicloropropionanilida
- 3-cloro-4-bromopropionanilida
- 10. 3-bromo-4-cloropropionanilida
- 3,4-dicloroanilida de ácido ciclopropancarboxílico
- 3-cloro-4-bromoanilida de ácido ciclopropancarboxílico
- 15. lico
- 3-bromo-4-cloroanilida de ácido ciclopropancarboxílico
- N-(3,4-diclorofenil)-2-metilpentanamida
- ácido N-1-naftil-ftalamínico
- ácido N-(3-tolil)-ftalamínico
- 2-metacril-3',4'-dicloro-anilida
- 20. N-(4-clorofenil)-2,2-dimetil-valeramida
- N-(3-cloro-4-metilfenil)-2-metil-pentanamida
- alfa-cloro-N-isopropil-acetanilida
- 2-(alfa-naftoxi)-N,N-dietil-propionamida
- 2-cloro-N-(2-metil-6-terci butilfenil)-acetamida
- 25. 2-cloro-N-2,6-dietilfenil-N-metoximetil-acetamida



387835

6-metil-N-metoximetil-2-tercibutil-alfa-
bromoacetanilida

2-[(4-cloro-o-tolil)-oxi]-N-metoxi-acetamida y

2-cloro-N-isopropil-acetanilida

5. G) Compuestos de fósforo orgánicos

fosfito de tri-(2,4-diclorofenoxietilo)

amidotiofosfato de O-(2,4-diclorofenil)-O'-metil-

N-isopropilo

bencensulfonamida de N-[2-(O,O-di-isopropil-

10. ditiofosforil)-etilo] y

tiofosfato de S,S,S-tributilo

H) Compuestos diversos

4,5-dicloro-2-trifluorometilbencimidazol

cloruro de 2-cloroetil-trimetil-amonio

15. hidracida de ácido maleico

sal disódica de ácido metilarsínico

4,5,7-triclorobenzotiodiazol-2,1,3

3-amino-1,2,4-triazol

cloruro de triclorobencilo

20. 2-fenil-3,1-benzoxacinona

N-butil-N-etil-2,6-dinitro-4-trifluorometilanilina

N,N-di-(n-propil)-2,6-dinitro-4-trifluorometilanilina

éter 4-trifluorometil-2,4'-dinitro-difenílico

éter 2,4,6-tricloro-4'-nitrodifenílico

387835



- éter 4-trifluorometil-2,4'-dinitro-3'-
metil-difenílico
- éter 2,4-dicloro-4'-nitro-difenílico
- 5-cloro-6-metil-3-tercibutiluracilo
5. sulfemato de amonio
- 5-bromo-6-metil-3-(1-metil-N-propil)-uracilo
- xantato m-isopropílico de 1,2,4,5,6,7,10,10-
octacloro-4,7,8,9-tetrahidro-4,7-
metilenindano
10. 5-bromo-3-isopropil-6-metiluracilo
- 3-ciclohexil-6-metiluracilo
- 3-ciclohexil-6-secubutiluracilo
- 3-ciclohexil-5-bromouracilo
- 3-ciclohexil-5-clorouracilo
15. 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-uracilo
- 3-isopropil-5-clorouracilo
- 3-isopropil-5-bromouracilo
- 2-cloro-N-etil-4-sulfocianoanilina
- 2,3,6-triclorobenciloxipropanol
20. hexacloro-2-propanona
- sulfato sódico de 2-(2,4,5-triclorofenoxi)-etilo
- cianato potásico
- éter 2',4'-dinitrofenílico de 3,5-dibromo-4-
hidroxibenzoaldoxima
25. éter 2',4'-dinitrofenílico de 3,5-diiodo-4-hidroxi-
benzoaldoxima



387835

- acroleína
arseniatos
alcohol alílico
carbonato de 2,4-dinitrofenil-2,4-dinitro-6-secu-
5. butilfenilo
5-cloro-2-isopropilbencimidazol
5-yodo-2-trifluorometilbencimidazol
3-ciclohexil-6,7-dihidro-1H-ciclopentapirimidin-
2,4-(3H,5H)-diona
10. bromuro de 1:1-etilen-2:2-dipiridilio
sulfato dimetílico de 1,1-dimetil-4,4'-dipiridilio
disulfuro de di-(metoxitiocarbonilo)
2-metil-4-(3'-trifluorometilfenil)-tetrahidro-1,2,4-
oxadiacin-3,5-diona
15. 1-fenil-4,5-dimetoxi-6-piridazona
6-cloro-2-difluorometil-3H-imidazol(4,5-b)-piridina
2-terci-butil-6-cloroimidazol(4,5-b)-piridina
5-amino-4-bromo-2-fenilpiridacin-3-ona
hidrato de hexafluoroacetona
20. 3,5-dinitro-4-dipropilamino-bencensulfonamida
cacodilo
4-(metilsulfonil)-2,6-dinitro-N,N-dipropil-anilina
4-metil-2,6-dinitro-N,N-dipropil-anilina
5-amino-4-cloro-2-fenil-3-piridazona
2,3,5-tricloro-4-piridinol

387835



- 3,4,5,6-tetrahidro-3,5-dimetil-1,3,5-tiadiazin-
-2-tiona
sulfato sódico de 2-(2,4-diclorofenoxi)-etilo
2,3-dicloro-1,4-naftoquinona
5. disulfuro de di-(etoxitiocarbonilo)
3,5-dicloro-2,6-difluoro-4-hidroxi-piridina.

Los agentes según este invento pueden utilizarse en forma de soluciones, emulsiones, suspensiones, granu-
lados o agentes de espolvoreo. Las formas de empleo
10. se determinan según la finalidad de uso y deben asegurar la finura de distribución de la substancia activa.

Para la preparación de soluciones entran en cuenta disolventes como, en particular, los alcoholes (por ejemplo, el alcohol etílico o el isopropílico), las ceto-
15. nas (como la acetona o la ciclohexanona), los hidrocarburos alifáticos (como el queroseno) y los hidrocarburos cíclicos (como el benceno, el tolueno, el xileno, la tetrahidronaftalina y las naftalinas alquiladas), lo mismo que los hidrocarburos clorados (como el tetracloroetano
20. y el cloruro de etileno) y por último también los aceites minerales y vegetales o las mezclas de dichas materias.

Las preparaciones acuosas son preferentemente emul-
siones y dispersiones. Las materias activas se homogenei-
zan en agua tales como son o en uno de los disolventes in-
25. dicados antes, de preferencia por medio de humectantes o



387835

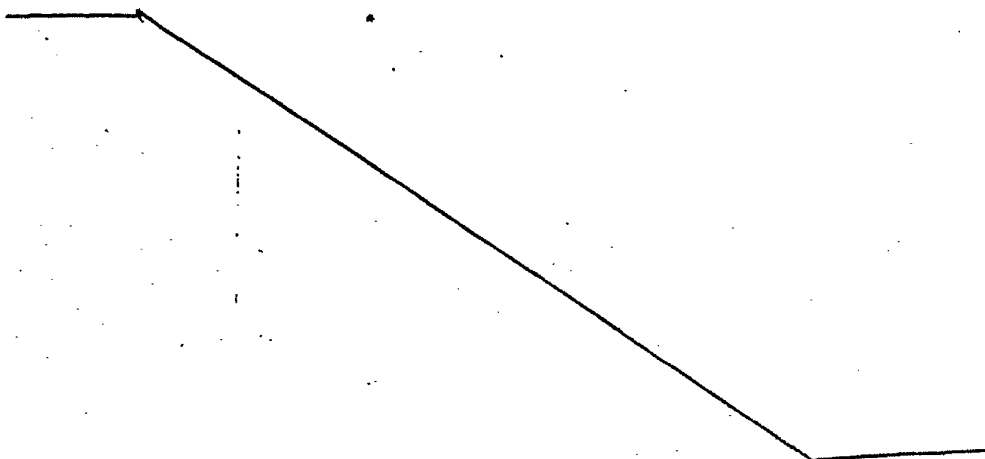
- dispersantes. En calidad de emulgentes o dispersantes cationactivos, cabe señalar como ejemplos los compuestos amónicos cuaternarios; en calidad de emulgentes o dispersantes anionactivos, por ejemplo los jabones, los monoésteres alifáticos de cadena larga de ácido sulfúrico, los ácidos sulfónicos alifático-aromáticos y los ácidos alcoxiacéticos de cadena larga; y en calidad de emulgentes o dispersantes no ionógenos, los éteres poliglicólicos de alcoholes grasos o los productos de condensación de óxido de etileno con p-tercialquil-fenoles. Por otra parte, pueden también prepararse concentrados constituidos por materia activa, emulgente o dispersante y eventuales disolventes. Tales concentrados pueden diluirse (por ejemplo, con agua) antes del uso.
15. Los agentes de espolvoreo pueden prepararse de una parte por mixturación o molienda conjunta de la sustancia activa con una materia de vehículo sólida. En calidad de tal entran en cuenta, por ejemplo: el talco, la tierra de diatomáceas, el caolín, la bentonita, el carbonato cálcico, el ácido bórico, el fosfato tricálcico y también el aserrín de madera o de corcho, el carbón y otros materiales de origen vegetal. Por otro lado, las sustancias pueden aplicarse también a las materias de vehículo con un disolvente volátil. Mediante la adición de
25. humectantes y coloides protectores, los preparados en for-



387835

ma de polvo y las pastas pueden hacerse suspendibles en agua y utilizables como agentes de aspersión.

- En muchos casos es ventajoso el empleo de granulados para la dispensación uniforme de las materias activas por un espacio de tiempo prolongado. Estos preparados pueden hacerse por disolución de la materia activa en un disolvente orgánico, absorción de esta solución por mineral granulado (por ejemplo, atapulgita o SiO_2) y eliminación del disolvente. También pueden prepararse mezclando las materias activas de la fórmula (I) con compuestos polimerizables, después de lo cual se efectúa una polimerización que deja intactas las substancias activas pero durante la cual se desarrolla la granulación. El contenido de materia activa en los agentes que se han descrito aquí se halla entre 0,1 y 95 %, y en este aspecto cabe señalar que para la aplicación desde aviones o por medio de otros dispositivos apropiados de aplicación se utilizan concentraciones hasta el 99,5 % o incluso la materia activa pura.
- 5.
 - 10.
 - 15.

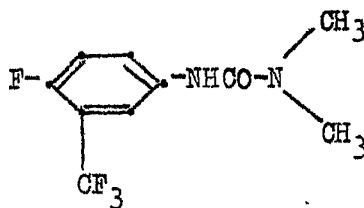


387835



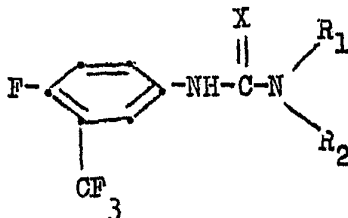
Ejemplo 1

A la temperatura del ambiente y con agitación enérgica, se añadió a gotas una solución de 18,3 g de isocianato de 4-fluoro-3-trifluorometilfenilo en 80 cc de acetonitrilo seco a una solución de 15 cc de dimetilamina al 40 % en 50 cc de acetonitrilo. Terminada la adición, se prosiguió agitando por una hora todavía, después de lo cual, por instilación de agua, cristalizó la materia activa 1, de la fórmula



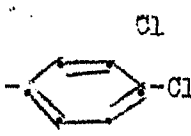
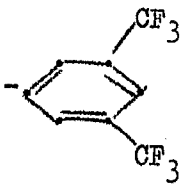

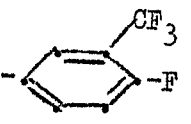
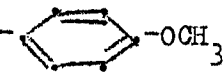
Punto de fusión
151-154^o C.

De manera análoga se preparó también el compuesto siguiente:



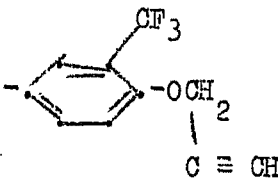
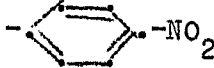

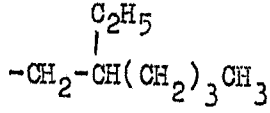
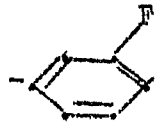
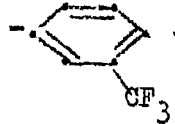
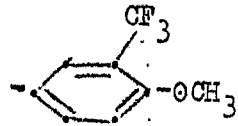
387835



Nº	X	R'	R''	Punto de fusión °C
1	0	-CH ₃	-CH ₃	151 - 154
2	0	-CH ₃	-OCH ₃	79 - 81
3	0	-H	-CH ₃	104 - 105
4	0	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	63 - 64
5	0	-CH ₃	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{C} \equiv \text{CH} \end{array}$	94 - 96
6	0			90 - 93
7	0	H		215 - 217
8	0	H		150 - 153
9	S	-CH ₃	-CH ₃	173 - 176
10	0	H		181 - 182
11	0	H		189 - 190
12	0	H		192 - 193



387835

Nº	X	R'	R''	Punto de fusión °C
13	O	H		157 - 160
14	O	H	-CH ₂ CH = CH ₂	62 - 64
15	O	H		274 - 277
16	O	H		144 - 145
17	O	H	-CH ₂ CH ₂ Cl	82 - 85
18	O	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ CN	106 - 108
19	O	H		aceite
20	O	H		164 - 166
21	O	H		
22	O	H		



387835

Ejemplo 2

Agente de espolvoreo

- Se muelen finamente partes iguales de una materia activa de este invento y de ácido silícico precipitado. De este polvo, por mezcla con caolín o talco, pueden prepararse agentes de espolvoreo, preferentemente con un contenido de materia activa de 1 a 6 %.
- 5.

Polvos para aspersiones

Para preparar un polvo para aspersiones se mezclan y muelen finamente los componentes siguientes, por ejemplo:

10. 50 partes de materia activa según este invento.
20 partes de ácido silícico muy adsorbente
25 partes de Bolus alba (caolín)
1,5 partes de sodio 1-bencil-2-estearil-bencimidazol-6,3'-disulfónico y
15. 3,5 partes del producto de reacción de para-tercioc-tilfenol y óxido de etileno

Concentrado de emulsión

- Las materias activas de buena solubilidad pueden formularse también como concentrados de emulsión procediendo a mezclar:
- 20.

20 partes de materia activa



387835

- 70 partes de xileno
- 10 partes de una mezcla de un producto de reacción de un alquilfenol con ácido de etileno y dodecibencensulsonato cálcico.
- 5.

Al diluir con agua hasta la concentración deseada se origina una emulsión apta para aspersiones.

Granulados

10. Se disuelven 7,5 g de una de las materias activas de la fórmula (I) en 100 cc de acetona y la solución acetonica así obtenida se añade a 92 g de atapulgita granulada (tamaño granular: 24/48 mallas por pulgada). Se mezcla bien el conjunto y se extrae el disolvente en el evaporador giratorio. Se obtiene un granulado con 7,5 % de materia activa.
- 15.

Ejemplo 3

Se sembraron en el invernadero las especies de plantas siguientes: Avena, Setaria, Sinapis y Lepidium.

20. El tratamiento de postemergencia de dichas especies vegetales se efectuó con una solución acuosa al 1 % de los compuestos 1.1 y 1.2 unos 10 a 12 días después de la siembra, en el estadio bifoliar a trifoliar, en cantidad de aplicación de 2 kg y respectivamente 4 kg de substancia

387835



activa por hectárea. La evaluación se realizó a los 20 días del tratamiento y condujo al resultado que se expone en las tabla I y II que siguen.

El tratamiento de preemergencia se efectuó con la misma cantidad de aplicación, pero a las 24 horas ya de la siembra.

TABLA I

Especie vegetal	Compuesto 1		Compuesto 1	
	Postemergencia		Postemergencia	
	2kg	4kg	2kg	4kg
	por hectárea		por hectárea	
10. Avena	9	9	7	8
Setaria	9	9	9	9
Sinapis	9	9	9	9
15. Lepidium	9	9	9	9

387835



TABLA II

Especie vegetal	Compuesto 2		Compuesto 2	
	Postemergencia 2kg por hectárea	4kg por hectárea	Postemergencia 2kg por hectárea	4kg por hectárea
5. Avena	4	6	7	9
Setaria	8	9	9	9
Sinapis	9	9	9	9
Lepidium	9	9	9	9

10. Evaluación: 1 - 3 = planta no dañada o apenas
dañada
4 - 6 = daños medianos
7 - 8 = daños graves
9 = planta extinta

Ejemplo 4

15. Acción herbicida

Se sembraron en el invernadero las especies de plantas siguientes: Triticum vulgare, Hordeum, Avena, Zea mays, Oryza, Gossypium, Alopecurus, Poa, Amaranthus, Panicum, Chrysanthemum, Calendula, Sinapis, Stellaria, Digitaria,

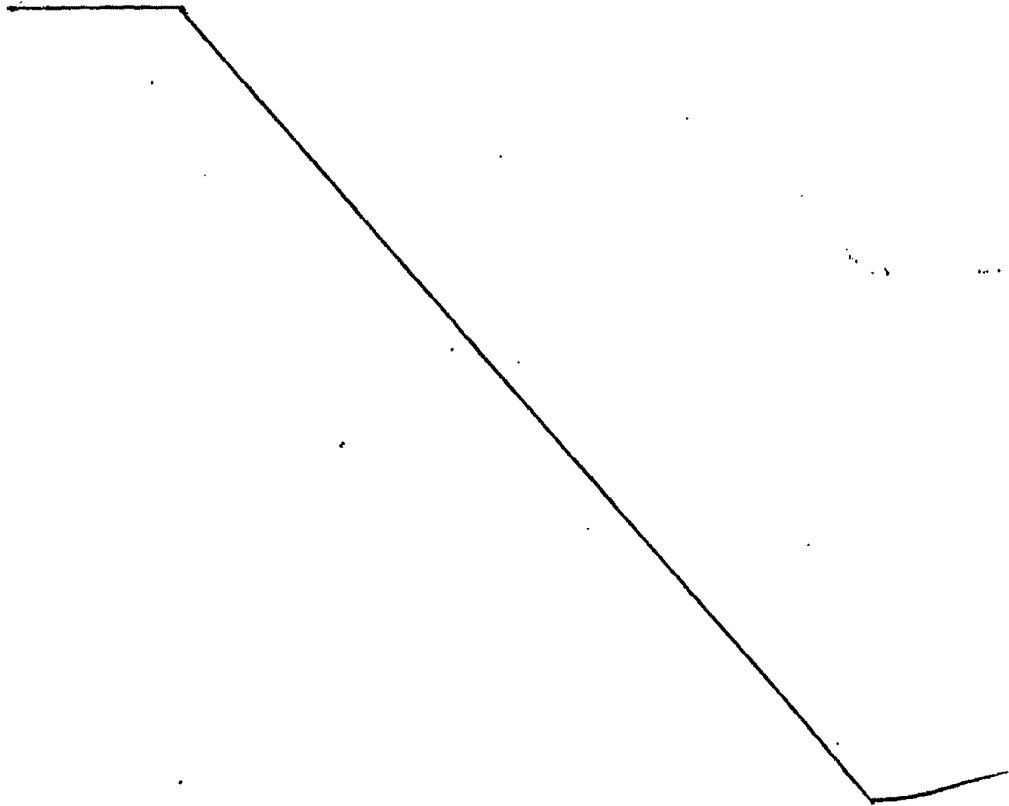
387835



Beta, Brassica e Ipomoea.

5. El tratamiento de postemergencia de dichas especies vegetales se efectuó con una solución acuosa al 1% de una de las sustancias activas unos 10 a 12 días después de la siembra, en el estadio bifoliar a trifoliar y en cantidad de aplicación de 2 kg de sustancia activa por hectárea. La evaluación se realizó unos 20 días después del tratamiento y condujo al resultado que se refleja en la tabla que sigue.

10. El tratamiento de preemergencia se realizó con la misma cantidad de aplicación, pero a las 24 horas ya de la siembra.



387835



Compuesto nº	1 pre	2 post	2 pre	3 post	9 post	9 pre
Plantas						
Triticum	-	1	2	-	1	-
Hordeum	-	1	1	-	1	2
5. Avena	-	2	2	-	1	-
Zea	-	2	-	2	2	-
Oryza	-	2	2	-	-	-
Gossypium	1	-	-	-	2	2
Soja	-	-	-	-	-	1
10. Digitaria	9	8	9	7	7	9
Panicum	8	-	-	-	-	9
Poa	-	9	-	8	7	7
Alopecurus	-	6	-	8	-	8
Beta	9	9	9	9	9	-
15. Calendula	9	-	9	8	7	7
Chryanthemum	9	7	9	9	9	9
Sinapis	9	9	7	9	7	7
Brassica	9	9	9	7	7	9
Jpomoea	9	9	7	9	-	7
20. Stellaria	9	9	9	9	-	9
Amaranthus	9	-	9	9	9	9

387835



Evaluación: 1-3 = plantas no dañadas o apenas
dañadas
4-6 = daños medianos
7-8 = daños graves
9 = planta extinta

5.

Ejemplo 4

Animales de ensayo: Aedes Aegypti (larvas)

Disposición del ensayo:

10. Con un polvo para aspersiones preparado según el ejemplo 2 con la materia activa nº 8, se organizó una serie de diluciones en la que las concentraciones de materia activa fueron de 1; 0,5; 0,25; 0,12; 0,06; 0,03; 0,015; 0,0075 y 0,0035 ppm. En cada preparación se emplearon 10 larvas. La evaluación se efectuó al cabo de 24 horas. Con
15. la concentración de materia activa de 0,0035 ppm se obtuvo el 100 % de exterminio.

Ejemplo 5

a) Acción contra Uromyces appendiculatus

20. Unas plantas de habichuela en el estadio bifoliar se regaron hasta chorrear con una suspensión de la sustancia activa nº 2, formulada como polvo para aspersiones (concentración: 0,1 % de sustancia activa). Una vez seca la capa de aspersión, se inficionaron las plantas con

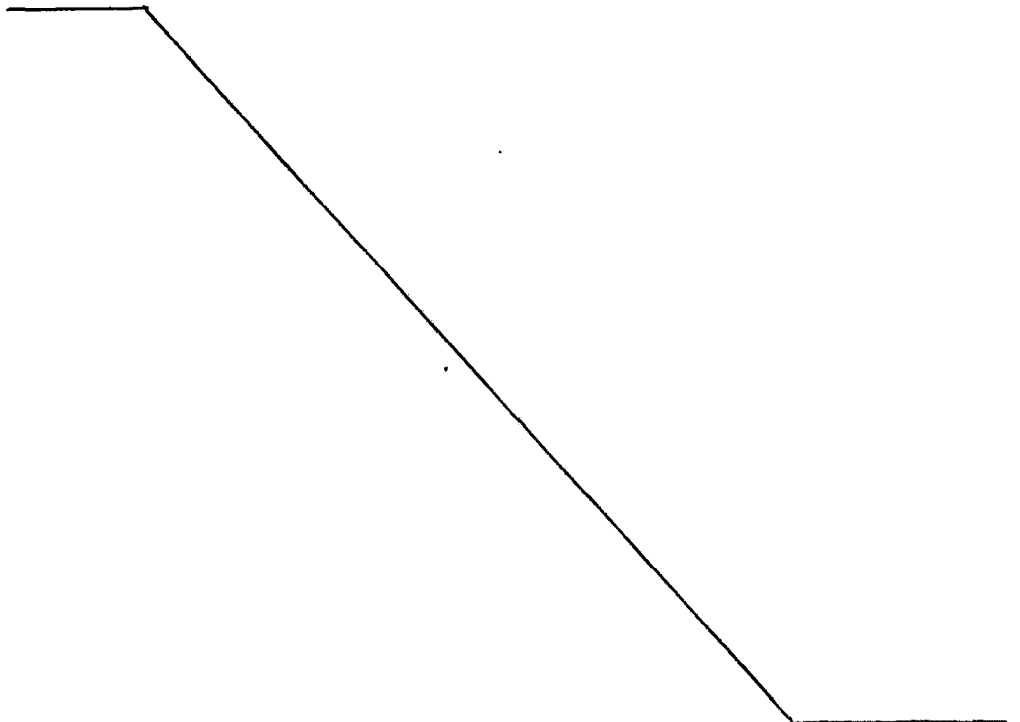


387835

una suspensión fresca de esporas de la roya de la habichuela y a continuación se las mantuvo por un día en una cámara húmeda y luego en el invernadero a 20-22° C. La evaluación del ensayo se basó en el número de las pústulas de roya existentes al cabo de 12 días. Como testigos sirvieron plantas no tratadas que, al final del tiempo de incubación, presentaron un ataque del 100 %. En las plantas tratadas con la substancia activa nº 2 el desarrollo de Uromyces appendiculatus estaba totalmente inhibido.

10. b) Acción contra Puccinia coronata

Se efectuó la misma prueba que en a), pero en la planta huésped Triticum vulgare y con la substancia activa nº 6. La substancia activa nº 6 produjo aquí la inhibición total del desarrollo de la Puccinia coronata.



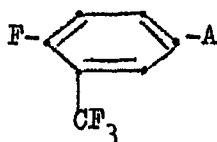


387835

NOTA

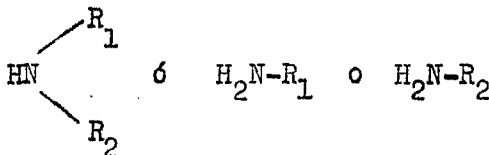
Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 1430/70 del 2.2.70 y 51/71 del 5.1.71.

- 5. 1. Procedimiento para la preparación de p-fluoro-m-trifluorometilfenilureas caracterizado por hacerse reaccionar un radical aromático de la fórmula



10.

con una amina primaria o secundaria de la fórmula



15.

capaces de formar juntos la agrupación de urea; en estas fórmulas,

R₁ significa hidrógeno o alquilo,

R₂ significa alquilo, alquenilo, alquinilo alcoxilo o fenilo insustituido o sustituido;

20.

o bien

R₁ y R₂ junto con el átomo de nitrógeno unido a ellos, forman un anillo heterocíclico triangular o heptagonal;

25.

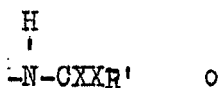
MCE

387835

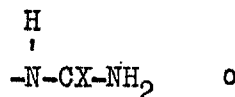
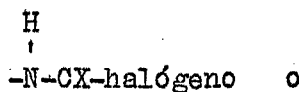


mientras que

A denota la agrupación



5.



10.



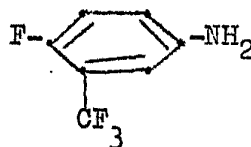
donde

R' significa alquilo o arilo y

X significa oxígeno o azufre.

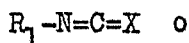
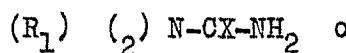
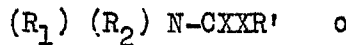
2. Procedimiento según la reivindicación 1, ca-

15. racterizado porque en una variante del mismo, se hace reaccionar una anilina de la fórmula

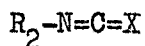


20.

con un compuesto de las fórmulas



25.



donde

MGe

387835



R_1 y R_2 tienen el mismo significado que en la reivindicación 1,

R' significa alquilo o arilo y

X significa oxígeno o azufre.

5. 3. Procedimiento para la preparación de p-fluoro-
-m-trifluorometilfenilureas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 39 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 12 de Febrero de 1.971.

p.a.

JAIME ISERN

p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO

M/E