

400912

PATENTE DE INVENCION

ICI CASE PP 23705 - SPAIN.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES HERBICIDAS
Y PESTICIDAS.

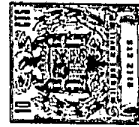
=====

Solicitante IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====

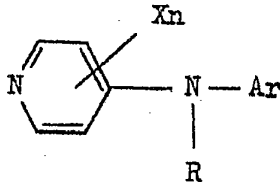
Int. Cl.²: CO7D//A01N

La presente invención se relaciona con un procedi-
miento para preparar composiciones herbicidas y pesticidas
útiles, inter alia, en el control de plagas incluyendo las
infecciones fungales de plantas, y para inhibir el creci-
5. miento de la vegetación indeseada.



400912

De acuerdo con la invención se proporciona una composición herbicida y pesticida que comprende, como ingrediente activo, una arilaminopiridina de fórmula:



5. o una sal de la misma, en la que R representa un átomo de hidrógeno, un radical acilo o un radical hidrocarbilo; Ar representa un radical arilo opcionalmente sustituido por uno o más sustituyentes elegidos entre cloro, bromo, fluor, nitro, ciano, perhalocarbilo, sulfamoilo, hidrocarbilo, hidrocarbiloxi o hidrocarbiltio; X representa cloro, bromo, fluor, nitro, ciano, hidrocarbiloxi o hidrocarbiltio; y n es 3 ó 4; en mezcla con un diluyente sólido o líquido que contiene un agente de superficie activa. Los radicales hidrocarbilo preferidos son los grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono. Ejemplos de radicales perhalocarbilo preferidos incluyen el radical trifluormetilo. Ejemplos de grupos hidrocarbiloxi preferidos incluyen los radicales alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono. Ejemplos de radicales hidrocarbiltio preferidos incluyen los radicales alquiltio de 1 a 4 átomos de carbono.
- 10.
- 15.
- 20.

400912

- 3 -



Los compuestos preferidos como ingredientes activos son aquellos en los cuales el radical arilo es un radical fenilo o naftilo sustituido.

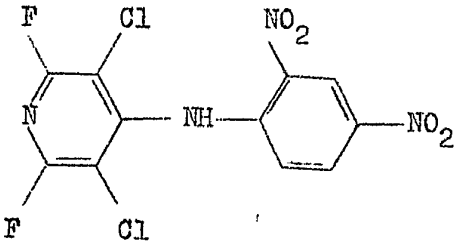
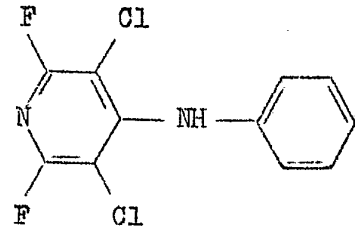
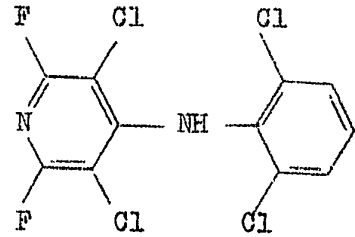
- Con preferencia, el enlace entre el anillo de piridina y el grupo $-N-Ar$ en la fórmula anterior, está situado en la posición R 4 del anillo de piridina. Los compuestos particularmente preferidos como ingredientes activos son aquellos en los cuales el grupo R representa un átomo de hidrógeno. Los compuestos preferidos para usarse como ingredientes activos incluyen aquellos en los cuales cada grupo X es un átomo de fluor o de cloro y n es 4. Cuando el grupo R representa un grupo acilo, éste puede derivarse, por ejemplo, de un ácido carboxílico; por ejemplo, puede ser un grupo alcanoilo de 2 a 5 átomos de carbono. El grupo acilo puede ser también un grupo carbamoilo, por ejemplo, un grupo carbamoilo portando uno o dos sustituyentes alquilo cada uno de 1 a 4 átomos de carbono. Cuando R representa un grupo hidrocarbilo, éste puede ser, por ejemplo, un grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono. Preferiblemente, el grupo arilo Ar porta un sustituyente nitro, ciano o trifluorometilo. El término "sal" intenta incluir las sales formadas a partir de la reacción de los compuestos de la fórmula anterior con bases, por ejemplo, sales formadas a partir de cationes metálicos y cationes de amonio, y sales formadas por reacción de compuestos de la fórmula anterior con ácidos.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.



400912

En la tabla 1 siguiente, se indican ejemplos particularmente de compuestos útiles como ingredientes activos de las composiciones de la invención.

T A B L A 1

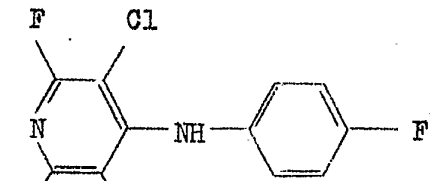
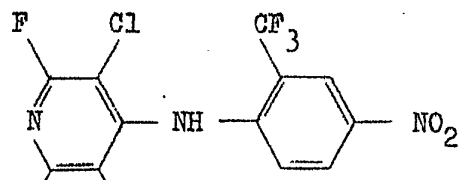
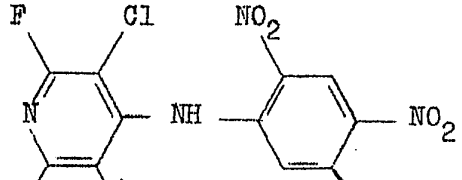
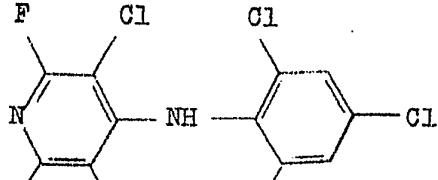
Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
1		116
2		77
3		106

400912

- 5 -



T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
4		107
5		117
6		185
7		131



T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
8		196
9		125
10		59
11		126

400912

- 7 -



T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
12		123
13		74
14		170
15		118

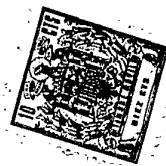


T A B L A 1 (Continuación)

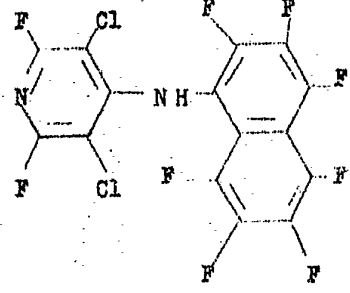
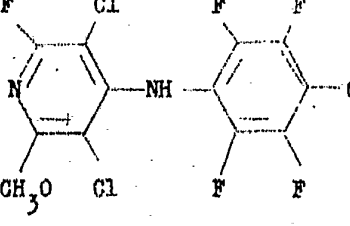
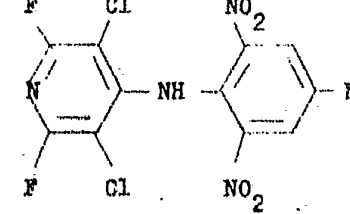
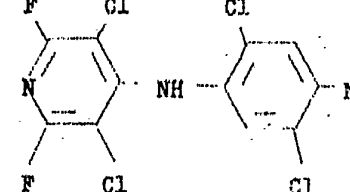
Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
16		113
17		71
18		136
19		160

400912

- 9 -



T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
20	 <p>(1 ó 2 isómero)</p>	135-137
21		130-131
22		147
24		143

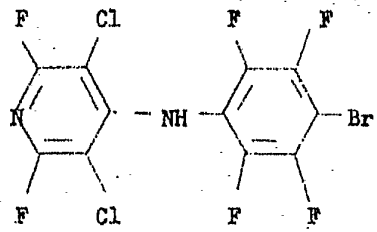
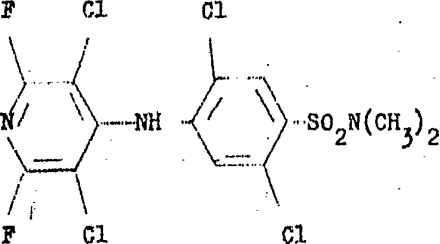
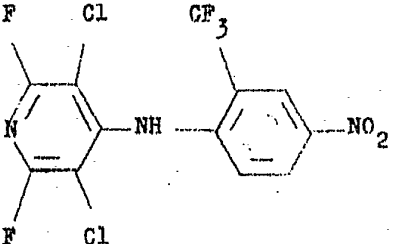
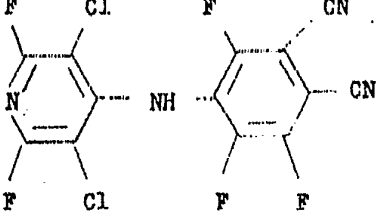


Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
25		182
26		236-237
27		171,6- 172,6
28		107,7- 108
29		167,5 167,7



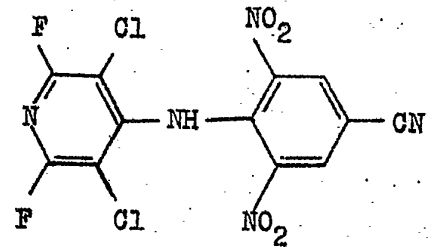
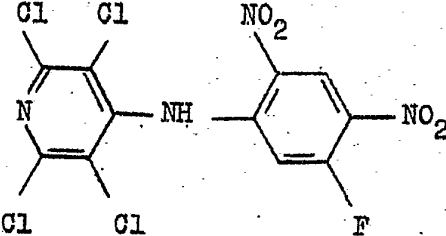
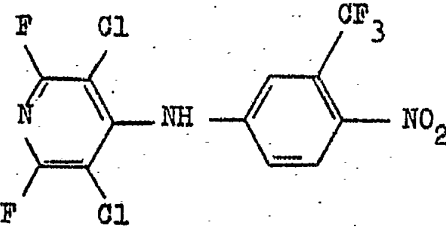
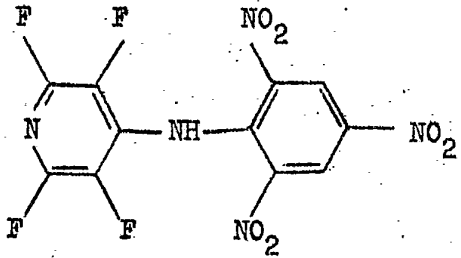
400912

T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
30		137,9- 139,2
31		191-192,4
32		94,7-95,2
33		166,5- 167,2

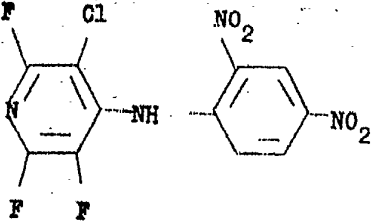
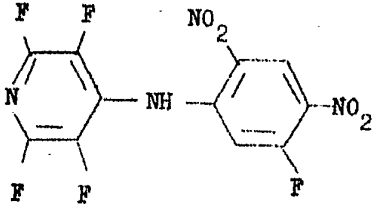
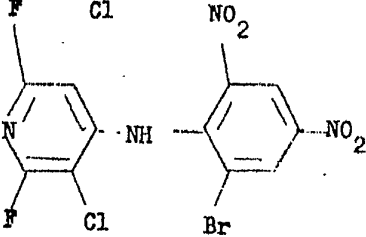
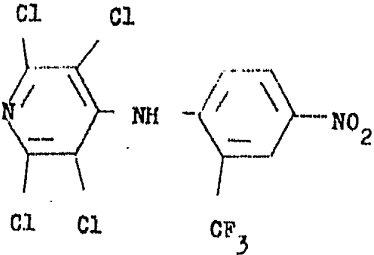


T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
34		166,6-167,6
35		233,2-234,2
36		133,2-133,7
37		168,2-169,2

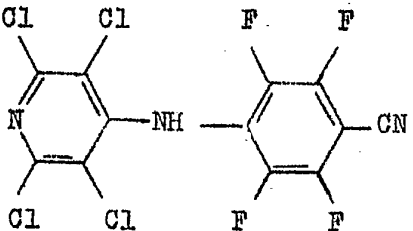
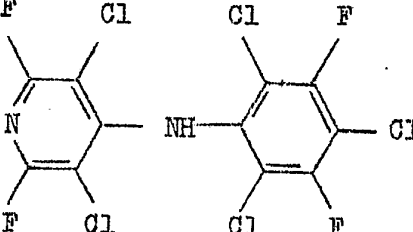
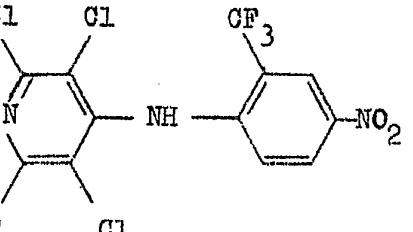
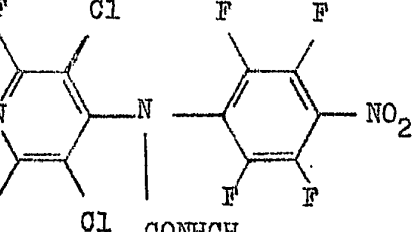


T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
38		121,6-122,6
39		115,9-116,4
40		168,6-168,9
41	 <p>(ó 2 isómero)</p>	170,7-171,2



T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
42		161,2-162,7
43		108,2-108,8
44		116,0-116,6
45		183,2-185,5



T A B L A 1 (Continuación)

Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
46		205,5 207,6
47		126,5 127,7
48		118- 119,7
49		114,5- 115,7
50		155,3- 156,6

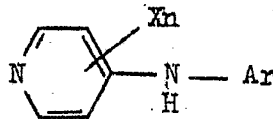


T A B L A 1 (Continuación)

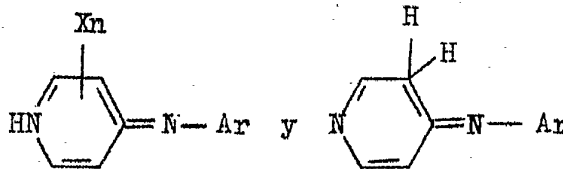
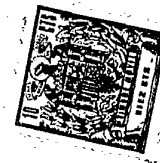
Compuesto No.	Fórmula estructural	Punto de fusión °C
51		165-166,6

Las fórmulas dadas en la tabla 1 anterior, se cree que son aquellas que corresponden más estrechamente a la estructura molecular de los compuestos. Sin embargo, un compuesto de fórmula:

5.



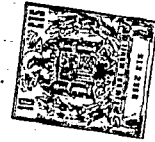
es, en principio, capaz de existir en diferentes formas tautoméricas, tales como, por ejemplo, las siguientes:



Las fórmulas dadas en la tabla 1 anterior han de ser consideradas como representativas de todas las formas tautoméricas, incluyendo también todas estas últimas.

5. Las composiciones que comprenden los compuestos del invento pueden tener la forma de polvos o gránulos para espolvorear en los que el ingrediente activo se mezcla con un diluyente o vehículo sólido. Los diluyentes o vehículos sólidos idóneos pueden ser, por ejemplo, caolinita
10. (arcilla caolínica), montmorillonita, atapulgita, talco, piedra pómez, sílice, carbonato cálcico, yeso, magnesia en polvo, tierra de Fuller, tierra de Hewitt y tierra de diatomeas. Las composiciones para recubrir semillas pueden comprender, por ejemplo, un agente que ayude a conseguir
15. la adherencia de la composición a la semilla como, por ejemplo, un aceite mineral.

- Las composiciones pueden hallarse también en forma de polvos o granos dispersables que comprenden además del ingrediente activo, un agente humectante para facilitar
20. la dispersión del polvo o granos en los líquidos. Tales pol-



vos o granos pueden comprender materiales de relleno, agentes de suspensión y similares.

5. Las composiciones pueden hallarse también en forma de preparados líquidos que se utilizan para inmersión o pulverización y en general son dispersiones o emulsiones acuosas que contienen el ingrediente activo en presencia de uno o más agentes humectantes, agentes dispersantes, agentes emulsionantes o agentes de suspensión.

10. Los agentes humectantes, agentes dispersantes y agentes emulsionantes pueden ser del tipo catiónico, aniónico o iniónico. Los agentes idóneos del tipo catiónico comprenden, por ejemplo, compuestos de amonio cuaternario como, por ejemplo, bromuro de cetiltrimetilamonio. Los agentes idóneos del tipo aniónico comprenden, por ejemplo, jabones, sales de monoésteres alifáticos de ácido sulfúrico, por ejemplo, laurilsulfato sódico, sales de compuestos aromáticos sulfonados, por ejemplo, dodecylbencenosulfonato sódico, lignosulfonato sódico, cálcico o amónico, sulfato de butilnaftaleno y una mezcla de las sales sódicas de ácidos diisopropil- y trisopropilnaftalensulfónicos.
- 15.
- 20.

25. Los agentes idóneos del tipo iniónico comprenden, por ejemplo, los productos de condensación de óxido de etileno con alcoholes grasos como son el alcohol oleílico o el alcohol cetílico, o con alquilfenoles como son el octilfenol, nonilfenol y octilcresol. Otros agentes iniónicos son los

400912



- 19 -

ésteres parciales derivados de ácidos grasos de cadena larga o anhídridos de hexitol, los productos de condensación de los citados ésteres parciales con óxido de etileno, las lecitinas y copolímeros en bloque de óxido de etileno y

5. óxido de propileno.

Los agentes de suspensión idóneos son, por ejemplo, bentonita, sílice pirogénica y coloides hidrófilos tales como, por ejemplo, polivinilpirrolidona y carboximetilcelulosa sódica y las gomas vegetales como, por ejemplo, goma de acacia y goma de tragacanto.

10.

Las soluciones, dispersiones o emulsiones acuosas pueden prepararse disolviendo el ingrediente activo, o ingredientes, en un disolvente orgánico que puede contener uno o más agentes humectantes, dispersantes o emulsionantes, añadiendo después la mezcla así obtenida en agua que puede contener igualmente uno o más agentes humectantes, dispersantes o emulsionantes. Son disolventes orgánicos apropiados el dicloruro de etileno, alcohol isopropílico, propilenglicol, alcohol de diacetona, tolueno, queroseno, metilnaftaleno, xilenos y tricloroetileno. Las soluciones concentradas del

15. ingrediente activo en un disolvente orgánico que contiene un agente dispersante para facilitar la dispersión del disolvente orgánico para formar una emulsión cuando se mezcla con agua, son conocidos como "concentrados emulsionables".

20.



Los compuestos de este invento pueden formularse en composiciones que comprenden cápsulas o microcápsulas que contengan bien el ingrediente activo, o bien una composición que lo contenga, y preparada por cualquiera de las técnicas conocidas de encapsulación o microencapsulación.

Las composiciones que se han de emplear para pulverización pueden hallarse también en forma de aerosoles en los que la formulación se mantiene en un recipiente a presión en presencia de un impulsor como es el fluorotriclorometano o diclorodifluorometano.

Las composiciones que se han de utilizar en forma de dispersiones o emulsiones acuosas se suministran generalmente en forma de un concentrado que contiene una elevada proporción del ingrediente o ingredientes activos, diluyéndose dicho concentrado con agua antes de su uso.

Estos concentrados son necesarios a veces para que el compuesto resista periodos prolongados de almacenamiento y que, después de dicho almacenamiento, puedan diluirse con agua con el fin de formar preparados acuosos que permanezcan homogéneos durante un tiempo suficiente para permitir su aplicación empleando aparatos normales de pulverización. Los concentrados pueden contener convenientemente de un 10 a un 85 % en peso del ingrediente o ingredien-



- tes activos y generalmente de un 25 a un 60 % en peso de ingrediente o ingredientes activos. Cuando se diluyen para formar preparados acuosos, tales preparados pueden contener cantidades variables de ingrediente o ingredientes activos dependiendo de los fines a que hayan de destinarse, pero se puede utilizar un preparado acuoso que contenga de un 0,0001 % a un 1,0 % en peso de ingrediente o ingredientes activos.

- Los derivados de arilaminopiridina especificados anteriormente como ingredientes activos de las composiciones de la invención son muy tóxicos hacia una variedad de plagas de insectos incluyendo los siguientes:

	<u>Tetranychus talarius</u>	(ácaros de araña roja)
	<u>Aphis fabae</u>	(áfidos negros)
15.	<u>Megoura viciae</u>	(áfidos verdes)
	<u>Aedes aegypti</u>	(mosquitos)
	<u>Musca domestica</u>	(moscas comunes)
	<u>Pieris brassicae</u>	(oruga blanda del repollo)
	<u>Plutella maculipennis</u>	(oruga de polilla negra)
20.	<u>Phaedon cochleariae</u>	(escarabajo de mostaza)
	<u>Meloidogyne incognita</u>	(nemátodos)
	<u>Agriolimax reticulatus</u>	(babosa silvestra grisacea)
	<u>Calandra granaria</u>	(gorgojo del grano)

El término "plaga" intenta incluir patógenos fun-



gales de plantas y semillas incluyendo, por ejemplo, los siguientes:

- | | | |
|----|--------------------------------|-------------------------------------|
| | <u>Puccinia recondita</u> | (roya) en el trigo |
| | <u>Phitophthora infestans</u> | (añublo tardío) en el tomate |
| 5. | <u>Plasmopara viticola</u> | (mildeu veloso) en la vid |
| | <u>Uncinula necator</u> | (mildeu pulverulento) en la vid |
| | <u>Piricularia oryzae</u> | (añublo) en el arroz |
| | <u>Podosphaera leucotricha</u> | (mildeu pulverulento) en la manzana |
| | <u>Venturia inaequalis</u> | (costra) en la manzana |

10. Algunos de los compuestos muestran propiedades algicidas.

Los compuestos de arilaminopiridina son también tóxicos hacia bacterias que causan enfermedades bacteriales de plantas, por ejemplo, las siguientes

- | 15. | <u>Bacteria</u> | <u>Nombre común</u> |
|-----|-------------------------------------|--|
| | <i>Agrobacterium tumefaciens</i> | cecidia de la copa de los vegetales |
| | <i>Corynebacterium michiganense</i> | carco bacterial |
| | <i>Xanthomonas malvacearum</i> | brazo negro en el algodón |
| | <i>Erwinia carotovora</i> | putrefacción blanda bacterial de los vegetales |
| 20. | <i>Xanthomonas oryzae</i> | añublo bacterial de las hojas en el arroz |
| | <i>Pseudomonas syringae</i> | diebak de la fruta de hueso |
| | <i>Streptomyces scabies</i> | costra en las patatas |
| | <i>Pseudomonas mors prunum</i> | carco bacterial de la fruta de hueso |
| | <i>Pseudomonas phaseolicola</i> | añublo aureolar en las judias |
| 25. | <i>Erwinia amylovora</i> | añublo de fuego en peras y manzanas |

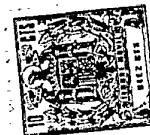


Los compuestos de arilaminopiridina son también tóxicos hacia hongos saprofiticos de la post-recogida, por ejemplo, los siguientes:

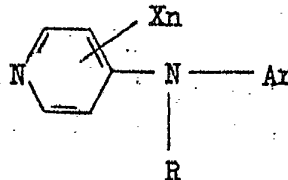
	<u>Hongo</u>	<u>Cosecha anfitriona</u>	<u>Nombre común</u>
5.	Botrytis tulipae	bulbos	fuego
	Nigrospora aphaerica	plátanos	jeringador
	Phomopsis citri	cítricos	costra
	Alternaria citri	cítricos	putrefacción en el extremo
	Pencillium digitatum	cítricos	moho verde
10.	Gloeosporium musarum	plátanos	extremo negro
	Fusarium caeruleum	patatas	putrefacción seca
	Geratocystis paradoxa	caña dulce, piña	enfermedad de la piña
	Phoma exigua	patatas	gangrena
	Phytophthora citrophthora	cítricos	putrefacción marrón
15.	Botryodiplodia theobromae	plátanos	extremo negro
	Diplodia natalensis	cítricos	putrefacción en el extremo

En su empleo, los compuestos de la invención, o composiciones que contienen a los mismos, pueden utilizarse para combatir pestes de varios modos. Así, para controlar las pestes, pueden tratarse las pestes mismas, o el foco de la peste o el habitat de la misma.

Por consiguiente, en una característica más, la invención proporciona un método para combatir pestes en el que las pestes, foco de las pestes o el habitat de ellas se

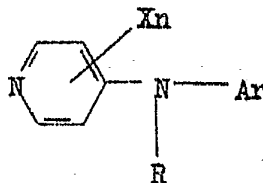


trata con un compuesto de arilaminopiridina de fórmula:



en la que X, R, Ar y n se definen como anteriormente, o con una composición según la invención.

5. Por lo tanto, en una característica más, la invención proporciona un método para el tratamiento de plantas para hacerlas menos susceptibles al daño por las plagas, que comprende tratar las plantas, o las semillas, bulbos, tubérculos, rizomas u otras partes propagadoras de las plantas, con una cantidad no fitotóxica pero pesticidamente eficaz de una arilaminopiridina de fórmula:
- 10.



o una sal de la misma, en donde X, Ar, R y n se definen como anteriormente.

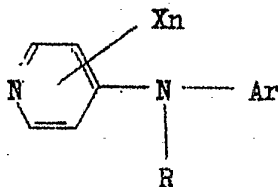
15. La invención proporciona adicionalmente un método para inhibir el crecimiento de vegetación indeseada, que comprende aplicar a la vegetación, o al foco de la vegetación o

400912

- 25 -

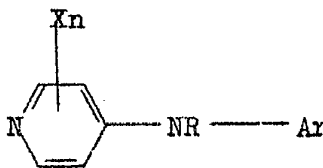


a las semillas mismas, una cantidad herbicidamente eficaz de un compuesto de arilaminopiridina de fórmula:



en la que X, Ar, R y n se definen como anteriormente. La cantidad de compuesto de arilaminopiridina usada para inhibir el crecimiento de la vegetación dependerá del compuesto particular elegido, así como de la identidad de la vegetación, pero en general es adecuada una cantidad de 0,22 a 11,2 kg/ha.

10. En otro aspecto, la invención proporciona arilaminopiridinas de fórmula:



15. en la que R representa un átomo de hidrógeno, un radical acilo o un radical heterocíclico; Ar representa un radical arilo opcionalmente sustituido por uno o más sustituyentes elegidos entre cloro, bromo, fluor, nitro, ciano, perhalo-



carbilo, sulfamilo, hidrocarbilo, hidrocarbiloxi o hidrocarbilitio; X representa cloro, bromo, fluor, nitro, ciano, hidrocarbiloxi o hidrocarbilitio; y n es 3 ó 4, a condición de que cuando X sea Cl y n 4, el radical arilo contenga como mínimo dos sustituyentes.

5.

Los compuestos preferidos de acuerdo con la invención son aquellos de la fórmula anterior en la que Ar es un radical fenilo o naftilo sustituido. Los compuestos especialmente preferidos son aquellos en los que el grupo -N-Ar está enlazado a la posición 4 del anillo de piridina.

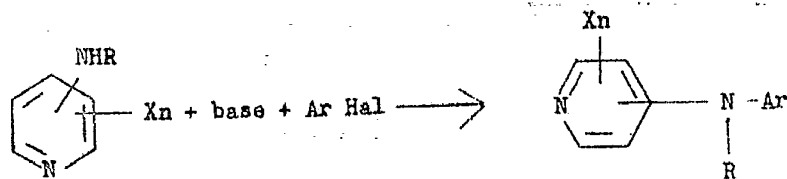
10.

R
Otros compuestos preferidos son aquellos en los que R es un átomo de hidrógeno. Los compuestos particularmente preferidos son aquellos en los que cada grupo X representa un átomo de fluor o de cloro y n es 4.

15.

Los compuestos de arilaminopiridina de la fórmula ultimamente mencionada, pueden prepararse convenientemente mediante un procedimiento en el que se hace reaccionar una aminopiridina con una base y con un haluro de arilo Ar Hal de acuerdo con el siguiente esquema de reacción:

20.

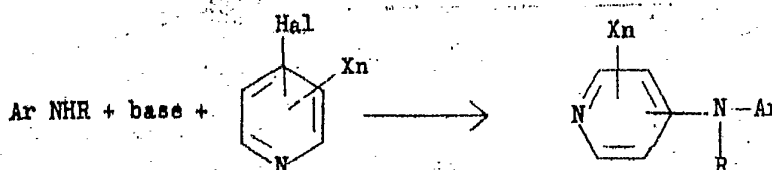


400912



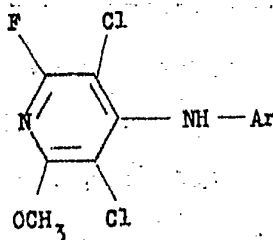
- 27 -

Alternativamente, puede hacerse reaccionar un compuesto arilamino ArNHR con una base y con una halopiridina de acuerdo con el siguiente esquema de reacción:

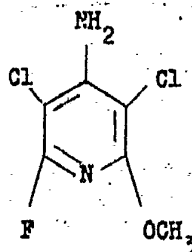


5. En los anteriores esquemas de reacción, el símbolo Hal representa halógeno, mientras que los símbolos X, R, Ar y n se definen como anteriormente. Un ejemplo de una base para emplearse en la reacción, es el hidruro sódico. Preferiblemente, la reacción se efectúa en un disolvente o diluyente inerte. Los disolventes preferidos son los disolventes dipolares apróticos, por ejemplo, dimetilformamida.
- 10.

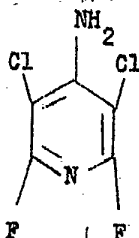
Los compuestos que tienen la fórmula:



pueden prepararse a partir del intermediario:



el cual puede prepararse a su vez por tratamiento del compuesto conocido:



5. con una solución metanólica de metóxido sódico.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

EJEMPLO 1

- Este ejemplo ilustra las propiedades fungicidas de los compuestos empleados como ingredientes activos en las composiciones de la invención. Los compuestos fueron ensayados contra una amplia variedad de enfermedades fúngicas foliares de las plantas. En el ensayo, se pulverizó una composición que comprendía una solución o suspensión acuosa del compuesto del ensayo sobre el follaje o sobre las plantas no infectadas; el suelo en el cual crecían las
- 10.
- 15.

400912



- 29 -

- plantas fue también embebido con la composición. Las composiciones usadas para la pulverización y embebido contenían 100 partes por millón (ppm) del compuesto del ensayo excepto en aquellos casos en los que el contenido es otro, como se establece en la siguiente tabla de resultados. Después de pulverizar y embeber, las plantas fueron expuestas a la infección con las enfermedades que se deseaban controlar, junto con plantas de control no tratadas con el compuesto. Después de un periodo de días, en función de la enfermedad particular, se determinó visualmente el grado de enfermedad, como un porcentaje de la enfermedad establecida sobre las plantas de control que no habían sido tratadas con el compuesto del ensayo, de acuerdo con el siguiente esquema de graduación:

15.

<u>Graduación</u>	<u>Cantidad de enfermedad como % de enfermedad sobre las plantas de control</u>
0	61 a 100
1	26 a 60
2	6 a 25
3	0 a 5

20. En la tabla 2 siguiente, los nombres de la enfermedad aparecen en la primera columna y en la segunda columna se indica el tiempo transcurrido entre la exposición de las plantas a la infección y la evaluación de la cantidad de enfermedad.



La tabla 3 proporciona los resultados del ensayo.

T A B L A 2

Enfermedad y planta	Intérvalo de tiempo (días)	Letra clave de la enfermedad
<u>Puccinia</u> <u>recondita</u> (trigo)	10	A
<u>Phytophthora</u> <u>infestans</u> (tomate)	3	B
<u>Plasmopara</u> <u>viticola</u> (vid)	10	C
<u>Uncinula</u> <u>necator</u> (vid)	10	D
<u>Piricularia</u> <u>oryzae</u> (arroz)	7	E
<u>Podosphaera</u> <u>leucotricha</u> (manzana)	7	F
<u>Venturia</u> <u>inaequalis</u> (manzana)	21	G
<u>Botrytis</u> <u>cinerea</u> (mancha de chocolate en las judías)	3	H



T A B L A 3

Compuesto No. (tabla 1)	Letra clave de la enfermedad (tabla 2)							
	A	B	C	D	E	F	G	H
#3	0	0	2	3	0	2	0	-
5	3	-	3	3	0	3	3	-
#6	0	3	3	2	3	-	-	3
7	2	0	0	0	0	-	-	0
#8	0	3	3	0	0	-	-	-
9	3	0	0	3	3	-	-	2
12	2	-	3	3	0	3	-	3
13	0	-	3	0	2	0	-	2
15	2	-	3	3	-	3	-	-
16	0	0	3	0	0	2	-	0
17	0	1	3	0	0	-	-	3
19	-	-	-	-	-	-	3	-
20	3	-	3	-	2	3	-	1
21	3	-	3	-	3	3	3	2

Un gui3n (-) significa que no se realiz3 ning3n ensayo.

* Estos compuestos fueron aplicados en una proporci3n de 50 ppm de pulverizaci3n en combinaci3n con un embebido del suelo con 200 ppm.

La tabla 4 siguiente suministra los resultados de



los ensayos con otros compuestos indicados en la tabla 1.

T A B L A 4

Compuesto No. (tabla 1)	Letra clave de la enfermedad (tabla 2)							
	A	B	C	D	E	F	G ^{3*}	H
24	0	3	3	3	0	-	-	3
25	2	3	3	3	0	-	0	0
26	P	3	3	P	0	3	3	1
27	0	P	3	3	P	3	3	3
28	0	P	3	3	P	3	3	P
29	P	P	3	3	P	3	3	3
30	0	1	3	0	0	3	-	0
31	2	0	3	3	0	3	-	0
32	3	P	3	3	P	3	-	P
33	2	3	3	2	3	3	-	0
34	P	3	3	3	P	3	-	P
35	2	3	3	0	2	0	0	2
36	2	2	3	0	1	2	0	0
37	0	3	3	P	0	P	-	2
38	1	P	3	3	2	3	3	2
39	1	2	3	0	1	0	3	3
40	0	P	3	3	1	3	2	3
41	0	P	3	3	P	3	3	3
42	3	P	P	P	0	3	-	3
43	P	P	-	3	P	3	-	P
44	2	P	3	3	0	3	-	P

400912



El simbolo P significa que el compuesto fue demasiado fitotóxico para realizar una evaluación del control de la enfermedad.

5. *Para el ensayo sobre la costra de la manzana (G) se empleó una concentración de 25 ppm.

EJEMPLO 2

10. Este ejemplo ilustra la actividad algicida de los compuestos empleados como ingredientes activos de las composiciones de acuerdo con la invención. En un ensayo para evaluar la actividad algicida, un cultivo mezclado de algas verdes en agua (1 ml) se completó a 5 ml en un tubo de cristal con una suspensión o solución acuosa del compuesto a ensayar que contenía suficiente compuesto para llevar la concentración a 20 ppm del compuesto del ensayo, junto con
15. nutrientes para soportar el crecimiento de las algas. Después de una semana, se comparó la intensidad de "enverdecimiento" en los tubos de cristal con los cultivos de algas sin tratar de control, evaluándose la cantidad de crecimiento de algas en una escala de 0 a 3, de acuerdo con el siguiente esquema
20. de graduación:

<u>Graduación</u>	<u>Crecimiento algal como % de control sin tratar</u>
0	61 a 100
1	25 a 60



Graduación

Crecimiento algal como %
de control sin tratar

2

6 a 25

3

0 a 5

Los resultados del ensayo se indican en la siguiente tabla 5.

T A B L A 5

Compuesto No. (tabla 1)	Graduación
4	3
5	3
6	3
9	2
10	3
12	3
14	3
17	2
19	2

400912



- 35 -

Ejemplo 3

- La actividad de una serie de los compuestos de este invento con respecto a varias plagas de insectos y otros invertebrados se sometió a investigación. Los compuestos de este invento, se utilizaron en forma de preparación líquida que contenía en peso del compuesto 0,1 %, excepto en los ensayos con Aedes aegypti y Meloidogyne incógnita en los cuales la preparación contenía 0,01 % en peso del compuesto. Las preparaciones se llevaron a cabo disolviendo cada uno de los compuestos en una mezcla de disolventes constituida por 4 partes en volumen de acetona y 1 parte en volumen de alcohol de diacetona. Las soluciones se diluyeron a continuación con agua que contenía 0,01 % en peso de un agente humectante que el comercio expende con el nombre comercial de "LISSAPOL" NX hasta que las preparaciones líquidas contenían la concentración precisa del compuesto. ("LISSAPOL" es una marca registrada). El procedimiento de ensayo adoptado con respecto a cada insecto que se ensayó, era prácticamente el mismo y comprendía el soportar unos cuantos insectos en algún medio que podía ser una planta anfitriona o alguno de los productos de que el insecto se alimenta, y tratar el insecto o la planta anfitriona o ambos con las preparaciones. La mortalidad de los insectos se comprobaba en periodos variables de 1 a 3 días después del tratamiento.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



En la siguiente tabla 6 se proporcionan los resultados de los ensayos. En esta tabla, la primera columna indica el nombre de la especie de la plaga. Cada una de las ulteriores columnas indica la planta anfitriona o el medio en el cual estaba soportada la especie en cuestión, el número de días que se dejaron pasar después del tratamiento antes de evaluar la mortalidad de las plagas y los resultados obtenidos para cada uno de los compuestos ennumerados en la tabla 1 anterior. La evaluación se expresa en enteros que oscilan del 0 al 3.

0 representa una mortalidad inferior al 30 %

1 representa una mortalidad de 30 - 49 %

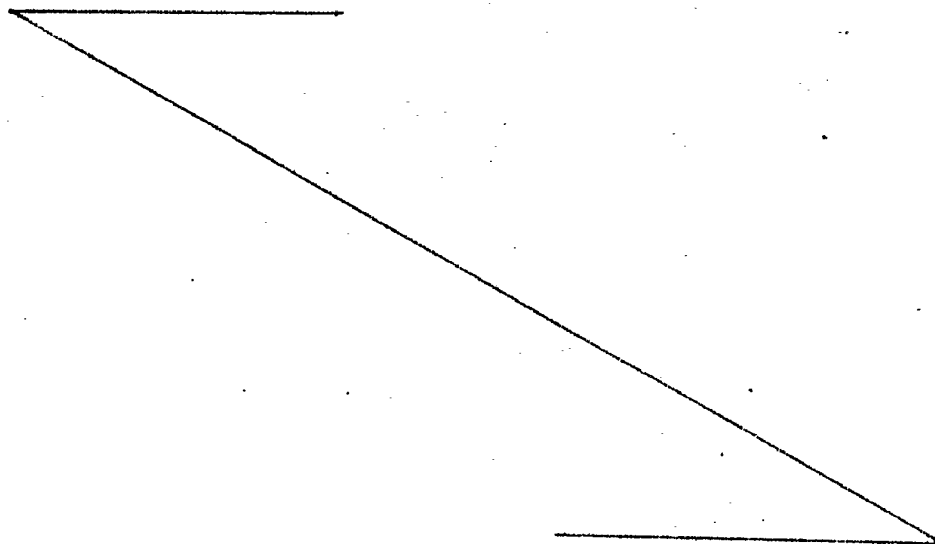
2 representa una mortalidad de 50 - 90 %

3 representa una mortalidad superior al 90 %

15. C indica un efecto quemosterilizante

A indica un efecto de anti-alimentación.

Un guión (-) en la tabla 6 indica que no se llevó a cabo ningún ensayo.



400912

T A B L A 6

400912

Especie de la plaga	Medio de soporte	No. de dias	No. de Compuesto (tabla 1)																			
			1	2	3	4	5	8	9	10	11	12	13	15	16	18	19	20	21	22		
<i>Tetranychus telarius</i> (ácaros de araña roja, adultos)	Judía francesa	3	3	0	0	0	3	3	3	0	3	0	3	0	2	0	0	3	3	0		
<i>Tetranychus telarius</i> (ácaros de araña roja, nuevos)	Judía francesa	3	0	0	0	3	3	3	3	0	3	0	2	0	2	0	3	3	3	0		
<i>Aphis fabae</i> (áfidos verdes)	Judía ancha	2	3	0	0	3	0	0	0	0	3	0	0	0	0	3	2	3	0	0		
<i>Mesoura viceae</i> (áfidos negros)	Judía ancha	2	3	0	0	3	0	0	0	0	3	0	0	0	0	3	2	3	0	0		
<i>Aedes aegypti</i> (mosquitos, larvas)	agua	1	0	0	0	0	0	3	2	0	3	0	0	0	0	0	3	1	0	3		
<i>Aedes aegypti</i> (mosquitos, adultos)	tablero	1	2	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0	0		
<i>Musca domestica</i> (moscas comunes - ensayo de contacto)	leche/azúcar	2	0	0	0	0	0	3	0	0	2	0	2	0	0	3	0	0	2	0		
<i>Pieris brassicae</i> (orugas blancas de repollo)	repollo	2	0	0	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0		
<i>Plutella maculipennis</i> (oruga de polilla negra diamante, larvas)	mostaza/papel	2	0	0	0	1	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	0	1		
<i>Phaedon cochleariae</i> (escarabajos de mostaza)	mostaza/papel	2	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
<i>Meloidogyne incognita</i> (nematodos)	agua	1	-	2	2	-	-	-	-	2	-	0	-	2	0	-	-	-	2	-		

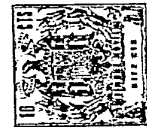


400912

- 37 -

T A B L A 6

Especie de la plaga	Medio soporte	No. de días	No.		
			1	2	3
<u>Tetranychus telarius</u> (ácaros de araña roja, adultos)	judía francesa	3	3	3	0
<u>Tetranychus telarius</u> (ácaros de araña roja, huevos)	judía francesa	3	0	0	2
<u>Aphis fabae</u> (áfidos verdes)	judía ancha	2	3	0	0
<u>Megoura viciae</u> (áfidos negros)	judía ancha	2	3	0	0
<u>Aedes aegypti</u> (mosquitos, larvas)	agua	1	0	0	0
<u>Aedes aegypti</u> (mosquitos, adultos)	tablero	1	2	0	0
<u>Musca doméstica</u> (moscas comunes - ensayo de contacto*)	leche/azúcar	2	0	0	0
<u>Pieris brassicae</u> (orugas blancas de repollo)	repollo	2	-	0	A
<u>Plutella maculipennis</u> (oruga de polilla negra diamante, larvas)	mostaza/papel	2	0	0	0
<u>Phaedon cochleariae</u> (escarabajos de mostaza)	mostaza/papel	2	0	0	0
<u>Meloidogyne incognita</u> (nemátodos)	agua	1	-	-	2



400912

Nº. de Compuesto (tabla 1)

1	2	3	4	5	8	9	10	11	12	13	15	16	18	19	20	21	22
3	3	0	0	3	3	3	3	0	3	0	3	2	0	3	3	3	0
0	0	2	0	3	3	-	-	0	3	0	2	0	2	3	3	3	0
3	0	0	0	3	0	0	0	0	3	0	0	0	0	3	2	3	0
3	0	0	0	3	0	0	0	0	3	0	0	0	0	3	2	3	0
0	0	0	0	0	0	3	2	0	3	0	0	0	0	3	1	0	3
2	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0
0	0	0	0	0	0	3	0	0	2	0	2	0	-	3	0	0	2
-	0	0	0	3	0	0	0	0	0	0	3	0	0	2	0	0	0
0	0	0	0	1	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	3	0	1
0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0
-	-	2	2	-	-	-	-	2	-	0	-	2	0	-	-	2	-

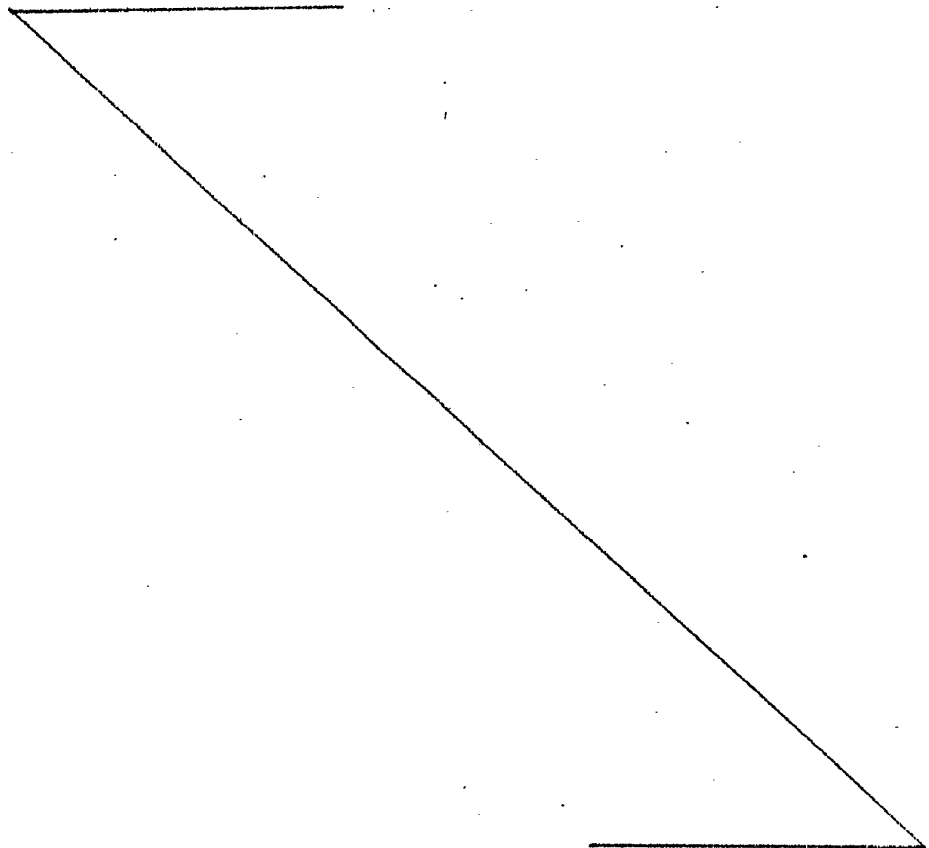


* En el ensayo de contacto, las moscas fueron pulverizadas directamente; en el ensayo residual, las moscas se colocaron en un medio que habia sido previamente tratado.

5.

Los compuestos Nos. 1, 4, 5, 7, 8, 9, 10 y 13, dan lugar a efectos de crecimiento anormal en las larvas de mosquitos (Aedes aegypti).

10. La tabla 7 siguiente proporciona los resultados de los ensayos realizados sobre otros compuestos indicados en la tabla 1.



400912

T A B L A 7

Especie de la plaga	Medio de soporte	No. de días	No. de Compuesto (tabla 1)														
			25	27	28	29	30	32	33	34	38	40	41	42	43	44	46
<i>Tetranychus telarius</i> (ácaros de araña roja, adultos)	judía francesa	3	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	2
<i>Tetranychus telarius</i> (ácaros de araña roja, huevos)	judía francesa	3	2	3	3	-	0	3	3	3	3	3	3	3	3	3	0
<i>Aphis fabae</i> (áfidos verdes)	judía, ancha	2	0	3	3	3	0	3	0	3	0	3	0	3	0	3	0
<i>Megoura viciae</i> (áfidos negros)	judía, ancha	2	0	3	3	3	0	0	0	0	0	0	0	3	0	3	0
<i>Aedes aegypti</i> (mosquitos, larvas)	agua	1	3	3	3	3	3	0	3	3	0	3	3	3	3	3	3
<i>Aedes aegypti</i> (mosquitos, adultos)	tablero	1	0	2	3	0	2	2	2	0	0	0	0	0	0	0	0
<i>Musca doméstica</i> (moscas comunes - ensayo de contacto*)	leche/azúcar	2	0	3	3	0	0	-	-	-	0	3	2	3	3	3	0
<i>Pieris brassicae</i> (orugas blancas de repollo)	repollo	2	3	0	3	0	3	3	0	3	0	3	0	3	3	3	0
<i>Plutella maculipennis</i> (oruga de polilla negra diamante, larvas)	mostaza/papel	2	0	0	3	0	1	2	1	2	0	0	1	0	2	0	0
<i>Phaedon cochleariae</i> (escarabajos de mostaza)	mostaza/papel	2	2	0	3	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0
<i>Meloidogyne incognita</i> (nematodos)	agua	1	3	-	0	3	-	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-

400912



400912

T A B L A 7

Especie de la plaga	Medio soporte	No. de días	No. de		
			25	27	28
<u>Tetranychus telarius</u> (ácaros de araña roja, adultos)	judía francesa	3	0	3	
<u>Tetranychus telarius</u> (ácaros de araña roja, huevos)	judía francesa	3	2	3	
<u>Aphis fabae</u> (áfidos verdes)	judía ancha	2	0	3	
<u>Megoura viciae</u> (áfidos negros)	judía ancha	2	0	3	3
<u>Aedes aegypti</u> (mosquitos, larvas)	agua	1	3	3	3
<u>Aedes aegypti</u> (mosquitos, adultos)	tablero	1	0	2	3
<u>Musca doméstica</u> (moscas comunes - ensayo de contacto*)	leche/azúcar	2	0	3	3
<u>Pieris brassicae</u> (orugas blancas de repollo)	repollo	2	3	0	3
<u>Plutella maculipennis</u> (oruga de polilla negra diamante, larvas)	mostaza/papel	2	0	0	3
<u>Phaedon cochleariae</u> (escarabajos de mostaza)	mostaza/papel	2	2	0	3
<u>Meloidogyne incógnita</u> (nemátodos)	agua	1	3	-	-

* En el ensayo de contacto, las moscas fueron pulverizadas con la solución del compuesto del ensayo.

En ensayos similares a los mostrados en la tabla anterior, los compuestos 27, 28, 32, 34, 40 y 42 mataron del 60 al 100 % de las cucarachas alemanas (*Blattella germánica*); los compuestos 28 y 42 mataron cada uno del 60 al 100 % de los gorgojos del grano (*Calandra granaria*); y los compuestos 27, 28, 32 y 43 mataron cada uno del 60 al 100 % de los escarabajos de la harina (*Triboleum castaneum*).

10. Ejemplo 4

Los compuestos de la invención se ensayaron con respecto a su actividad moluscidal y los detalles de los ensayos realizados fueron como sigue:

Una muestra pesada del compuesto a ensayar se disolvió en 0,5 cc de una mezcla de etanol y acetona (50:50 v/v). La solución se diluyó con 0,5 cc de agua y se vertió en un pellet de salvado en un cuenco de petri de vidrio y el pellet se secó en aire durante 24 horas. El peso de compuesto usado fue elegido de tal modo que el pellet seco contuviera 4 % en peso del ingrediente activo. En cada ensayo se efectuaron 2 réplicas consistentes en un cuenco de petri de plástico que contenía un pellet, 2 babosas y un papel de filtro mojado para mantener una elevada humedad relativa. Los cuencos se dejaron en ambiente frío (10°C). La mortalidad se evaluó después de 6 días.



Las babosas utilizadas fueron Agriolimax reticulatus (Mull), hipoalimentándose las mismas durante 24 horas antes de comenzar los ensayos. Los resultados del ensayo se muestran en la siguiente tabla 8.

5.

T A B L A 8

Compuesto No.	% de muertes de babosas
4	100
8	100
12	50
15	50
16	50
18	50
25	50
27	100
29	50
30	100
32	100
34	100
42	50
43	100

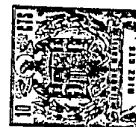


400912

Ejemplo 5

Este ejemplo ilustra las propiedades herbicidas de los compuestos según la invención. Los compuestos fueron formulados para el ensayo descrito a continuación, mol-
5. turándolos con bolas en agua que contenía un agente de superficie activa vendido con el nombre de Lissapol y que comprende un condensado de p-nonilfenol con 7 - 8 moles de óxido de etileno.

El material molido con bolas así obtenido se
10. diluyó con agua para dar una composición de pulverización que contenía 0,1 % del agente de superficie activa, y se pulverizó sobre plantas jóvenes de las especies indicadas en la tabla 9 que crecían en tiestos (ensayo de post-emergencia). La proporción de aplicación del ingrediente activo
15. fue equivalente a 11,2 kg/ha y el volumen de pulverización de 1.123 l/ha. Se evaluó el daño de las plantas en una escala de 0 a 3, en la que 0 representa ningún daño y 3 representa la destrucción total. En los mismos tiestos de experimentación, se sembraron semillas de las mismas especies de
20. plantas y, a continuación, se pulverizaron con la anterior composición de pulverización en la proporción de 11,2 kg/ha de ingrediente activo (ensayo de pre-emergencia). Los resultados se indican en la siguiente tabla 9.



400912

T A B L A 9

Compuesto No. (tabla 1)	Ensayo de Pre-emergencia			
	lechuga	tomate	trigo	maiz
5	3	3	2	0
10	2	1	0	0
12	3	3	3	3
19	3	3	3	3
Ensayo de post-emergencia				
5	3	3	0	0
10	3	3	1	0
12	3	3	0	1
19	3	3	2	1

En otro ensayo, las composiciones de pulverización preparadas como antes se ha descrito, fueron pulverizadas sobre otro grupo de especies de plantas, a varios regimenes de aplicación. En este ensayo, el daño a las plantas fue evaluado en una escala de 0 a 5, en donde 0 representa ningún efecto y 5 representa la destrucción

5.



400912

completa. Los resultados se ilustran en la tabla 10 siguientes.

T A B L A 10

Compuesto No. (tabla 1)	Régimen de aplicación, kg/ha	Ensayo de Pre- ó Post-emergencia	Especie de planta							
			Sb	Ka	Ca	Guisante	On	Bar	Ri	Avena
5	1,12	Pre	0	0	2	0	0	5	3	2
	5,60	Pre	5	5	5	3	5	5	5	5
	1,12	Post	5	5	5	4	3	3	0	3
	5,60	Post	5	5	5	4	5	3	0	4
10	5,60	Pre	0	1	1	3	0	3	-	0
	5,60	Post	3	3	2	0	2	0	0	0
12	5,60	Post	5	5	5	1	0	2	0	0
	5,60	Pre	4	4	4	3	-	-	-	0
19	5,60	Post	2	3	0	0	1	2	2	0

Las abreviaturas usadas en la tabla 10 tienen los siguientes significados:

Abreviatura

Planta

Sb

azúcar de remolacha

Ka

bretones

400912



<u>Abreviatura</u>	<u>Planta</u>
Ca	repollo
On	cebolla
Bar	cebaza
Ri	arroz

5.

Ejemplo 6

Este ejemplo ilustra la actividad herbicida de otros compuestos usados como ingredientes activos en las composiciones de la invención. Los compuestos fueron ensayados sobre plantas de lechuga, tomate, trigo y maíz en la forma descrita en el ejemplo 5 excepto que los compuestos fueron aplicados en una proporción de 10 kg/ha en un volumen de pulverización de 1.000 litros por hectárea, en lugar de 11,2 kg/ha en 1.123 l/ha. Los resultados se indican en la siguiente tabla 11.

10.

15.

T A B L A 11

No. de Compuesto (tabla 1)	Pre-emergencia			
	Lechuga	Tomate	Trigo	Maíz
26	3	3	1	0
27	3	3	0	0
28	3	3	3	0

400912

- 46 -



T A B L A 11 (Continuación)

No. de compuesto (tabla 1)	Pre-emergencia			
	Lechuga	Tomate	Trigo	Maíz
29	3	3	3	0
32	3	3	3	1
34	3	2	3	3
38	3	3	2	0
40	3	3	1	1
42	3	3	3	3
43	3	1	1	0
44	2	3	3	0
	Post-emergencia			
26	3	0	0	0
27	3	1	0	0
28	3	3	1	0
29	0	0	0	0
32	3	3	0	0
34	0	0	0	0
38	3	3	0	0
40	3	1	0	0
42	2	3	0	0
43	3	3	0	2
44	3	3	0	1



En otro ensayo, las composiciones de pulverización, preparadas como en el ejemplo 5, fueron pulverizadas sobre otro grupo de especies de plantas en varios regímenes de aplicación. En este ensayo, el daño a la especie de planta fue evaluado en una escala de 0 a 5, en donde 0 representa ningún efecto y 5 representa la destrucción completa. Los resultados se indican en la siguiente tabla 12.

T A B L A 12

Compuesto No. (tabla 1)	Régimen de aplicación, kg/ha	Ensayo de Pre- ó Post-emergencia	Especie planta							
			Sb	Ka	Ca	Guisante	On	Bar	Ri	Avena
27	5	Pre	4	4	4	3	0	0	0	0
28	5	Pre	5	5	5	5	5	5	5	5
	5	Post	5	4	4	0	0	0	0	0
	1	Pre	5	4	4	5	5	4	4	4
	1	Post	5	5	3	-	3	1	0	2
32	5	Pre	5	5	5	5	5	4	5	4
	5	Post	5	4	4	2	0	1	0	0
	1	Pre	4	4	3	3	-	4	4	3
	1	Post	5	5	2	3	1	1	0	1
42	5	Pre	5	4	5	2	5	3	3	4
	5	Post	5	5	5	1	-	1	0	4
43	5	Pre	0	1	0	0	0	1	0	0
	5	Post	5	5	5	5	-	3	1	4



400912

Ejemplo 7

Este ejemplo ilustra la actividad herbicida selectiva de los compuestos Nos. 5 y 12 de la tabla 1. Los compuestos, formulados como en el ejemplo 5, fueron pulverizados sobre tiestos de tierra previamente sembrada con semillas de las especies de plantas mostradas en las tablas 13 y 14. Los resultados para el compuesto 5 se indican en la tabla 13. Estos resultados son evaluaciones del daño a las plantas 28 días después del tratamiento, en una escala de 0 a 10, en donde 0 representa ningún efecto y 10 la destrucción completa.

T A B L A 13

Compuesto No. (tabla 1)	Regimen de aplicación kg/ha	Especie de planta				
		Trigo	Cebada	Feciole rojo	Ortiga anual	Hierbajos de mayo
5	0,5	0	0	5	10	6
	4	0	0	10	10	10
		Pampli-na	Zuzón	Becabunga	Mostaza blanca	Avena silvestre
5	0,5	8	4	10	0	0
	4	10	10	10	8,5	5,5

La tabla 14 proporciona los resultados para el



400912

compuesto No. 12 de la tabla 1. Las cifras son evaluaciones del daño a las plantas 23 días después del tratamiento, en una escala de 0 a 5, en donde 0 representa ningún efecto y 5 la destrucción completa.

5.

T A B L A 14

Compuesto No. (tabla 1)	Régimen de aplicación kg/ha	Especie de planta			
		Trigo	Cebada	Becabunga	Centinodia
12	2	0	1	0	4
		Pecíolo rojo	Clavelón del grano	Hierbas de mayo	
12	2	5	3,5	5	

A partir de las tablas 13 y 14, podrá observarse que los compuestos 5 y 12 causan daño a las plantas de hojas anchas, mientras que las plantas de trigo y cebada no sufren daño alguno.

10.

Los nombres botánicos de las plantas empleadas son

Los siguientes:

Nombre común

Nombre botánico

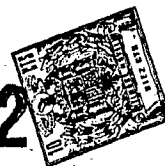
Ortiga anual

Urtica urens

Pamplina

Stellaria media

400912



	<u>Nombre común</u>	<u>Nombre botánico</u>
	Clavelón del grano	<u>Chrysanthemum segetum</u>
	Zuzón	<u>Senecio vulgaris</u>
	Gentiodia	<u>Polygonum aviculare</u>
5.	Hierbajo de mayo	<u>Tripleurospermum maritimum</u> <u>ssp. inodorum</u>
	Pecíolo rojo	<u>Polygonum persicaria</u>
	Mostaza blanca	<u>Sinapis alba</u>
	Avena silvestre	<u>Avena fatua</u>
10.	Becabunga	<u>Veronica spp</u>
	<u>Ejemplo 8</u>	

Este ejemplo ilustra la preparación de 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-nitro-2-trifluorometilnilino)piridina (compuesto No. 5 de la tabla 1).

15. Se lava hidruro sódico (2,4 g de una dispersión en aceite al 50 %) con éter de petróleo anhidro, se suspende en dimetilformamida seca (20 ml) y se enfría en hielo. Se añade, gota a gota, 2-amino-5-nitrotrifluorometilbenceno (5,15 g) en dimetilformamida (10 ml) a la suspensión agitada a la vez que
20. la temperatura se mantiene por debajo de 10°C. A continuación, se añade, gota a gota, 3,5-diclorotrifluorpiridina (5,05 g) en dimetilformamida (5 ml), manteniendo la temperatura por debajo de 10°C. La mezcla se deja calentar a temperatura ambiente y se agita durante 3 horas y se vierte entonces
25. en hielo (200 g). La mezcla se acidifica y se extracta

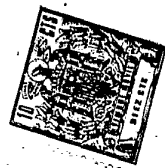


- con éter (2 x 75 ml). Los extractos etéreos se lavan con agua (2 x 50 ml) y se secan sobre sulfato de magnesio. El residuo, después de la separación del éter, se recristaliza tres veces en tetracloruro de carbono, proporcionando el
5. producto como un sólido amarillo pálido (2,92 g) de p.f. 117°C.

Ejemplo 9

Este ejemplo ilustra la preparación de 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,4-dinitroanilino)piridina (compuesto No. 1 de la tabla 1).

10. Se lava hidruro sódico (2,4 g de una dispersión en aceite al 50 %) con éter de petróleo anhidro y se suspende en dimetilformamida seca (15 ml), mantenida bajo una atmósfera de nitrógeno seco. Se añade, gota a gota, 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina (4,9 g) en dimetilformamida
15. seca (20 ml) a la suspensión, la cual se agita y se mantiene a una temperatura inferior a 10°C. A continuación, se añade lentamente una solución de 1-cloro-2,4-dinitrobenceno (5,1 g) en dimetilformamida seca (20 ml), manteniendo la temperatura por debajo de 10°C con agitación. La mezcla se agita durante
20. 3 horas, se vierte en hielo (200 g) y se acidifica. La mezcla se extrae con éter y los extractos etéreos se lavan 3 veces con agua (3 x 50 ml). El residuo de la evaporación del extracto de éter se extrae con ciclohexano hirviendo. El residuo se recibe de nuevo en éter, se lava otra vez con
25. agua (2 x 50 ml) y la solución etérea se seca y se evapora.



El residuo se combina con el residuo obtenido por evaporación del extracto de ciclohexano y se recristaliza en tetracloruro de carbono proporcionando un producto amarillo (3,2 g) de p.f. 116°C.

5. Ejemplo 10

Siguiendo el método del ejemplo 8, se preparan los siguientes compuestos, indicados en la tabla 1, a partir de los reactantes mostrados. El número indicado después de cada compuesto es su número en la tabla 1.

10. 4-anilino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina (No. 2) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y anilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,6-dicloroanilino)piridina (No. 3) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2,6-dicloroanilina.
15. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(p-fluor-anilino)piridina (No. 4) a partir de 3,5-dicloro-2,4,6-trifluorpiridina y p-fluor-anilino.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,4,6-tricloroanilino)piridina (No. 7) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2,4,6-tricloroanilina.
20. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(pentacloroanilino)piridina (No. 9) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y pentacloroanilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(pentafluor-anilino)piridina (No. 10) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y pentafluor-anilina.
25. anilina.



- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2-nitroanilino)piridina (No. 11) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2-nitroanilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2-bromo-5-trifluorometilanilino)piridina (No. 13) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2-bromo-5-trifluorometilanilina.
5. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-nitroanilino)piridina (No. 14) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 4-nitroanilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2-nitro-4-trifluorometilanilino)piridina (No. 16) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2-nitro-4-trifluorometilanilina.
10. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(3-trifluorometilanilino)piridina (No. 17) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 3-trifluorometilanilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-metoxi-2-nitroanilino)piridina (No. 18) a partir de 3,5-dicloro-trifluorpiridina y 4-metoxi-2-nitroanilina.
15. 4(4-ciano-2,3,5,6-tetrafluoranilino)-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina (No. 19) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 4-ciano-2,3,5,6-tetrafluoranilina.
20. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,5-dicloro-4-nitroanilino)piridina (No. 24) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2,5-dicloro-4-nitroanilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,6-dicloro-4-nitroanilino)piridina (No. 27) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2,6-dicloro-4-nitroanilina.
- 25.



- 4-(4-nitro-2-trifluormetilani-lino)-tetrafluorpiridina (No. 28) a partir de pentafluorpiridina y 4-nitro-2-trifluormetilani-lina.
5. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-cloro-2,6-dinitroani-lino)piridina (No. 29) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 4-cloro-2,6-dinitroani-lina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,5-dicloro-4-N,N-dimetilsulfamili-lino)piridina (No. 31) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2,5-dicloro-4-N,N-dimetilsulfamili-lina.
10. 3-cloro-4(4-nitro-2-trifluormetilani-lino)-2,5,6-trifluorpiridina (No. 32) a partir de 3-clorotetrafluorpiridina y 4-nitro-2-trifluormetilani-lina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-nitro-3-trifluormetilani-lino)piridina (No. 36) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 4-nitro-3-trifluormetilani-lina.
15. 3-cloro-4(2,4-dinitroani-lino)-2,5,6-trifluorpiridina (No. 38) a partir de 3-clorotetrafluorpiridina y 2,4-dinitroani-lina.
- 4(2-bromo-4,6-dinitroani-lino)-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina (No. 40) a partir de 3,5-diclorotrifluorpiridina y 2-bromo-4,6-dinitroani-lina.
20. 4(4-nitro-2-trifluormetilani-lino)-tetracloropiridina (No. 41) a partir de pentacloropiridina y 4-nitro-2-trifluormetilani-lina.
- 2-fluor-(4-nitro-2-trifluormetilani-lino)3,5,6-tricloropiridina (No. 44) a partir de 2,4-difluortricloropiridina y
- 25.



400912

- 4-nitro-2-trifluormetilánilina.
- 2-fluor-3,4,5-tricloro-2(4-nitro-2-trifluormetilánilino) piridina (No. 47) a partir de 2,6-difluor-3,4,5-tricloro-piridina y 4-nitro-2-trifluormetilánilina.
5. 2-fluor-3,5,6-tribromo-4(4-nitro-2-trifluormetilánilino) piridina (No. 48) a partir de 2,4-difluor-3,5,6-tribromopiridina y 4-nitro-2-trifluormetilánilina.
- 3,5-dibromo-2,6-difluor-4(4-nitro-2-trifluormetilánilino) piridina (No. 49) a partir de 3,5-dibromotri fluorpiridina y 4-nitro-2-trifluormetilánilina.
10. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2-bromo-4-nitroanilino)piridina (No. 50) a partir de 3,5-diclorotri fluorpiridina y 2-bromo-4-nitroanilina.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2-metil-4-nitroanilino)piridina (No. 51) a partir de 3,5-diclorotri fluorpiridina y 2-metil-4-nitroanilina.
- 15.

Las piridinas halogenadas empleadas en la preparación de los compuestos anteriores han sido descritas en la literatura, excepto los compuestos de bromofluor. Las bromofluorpiridinas pueden prepararse por bromación en fase vapor de fluorpiridinas apropiadas. Así, la 2,4-difluortri-bromopiridina puede prepararse por bromación en fase vapor de 2,4-difluorpiridina y la 3,5-dibromotri fluorpiridina por bromación similar de 2,4,6-trifluorpiridina.

25. Siguiendo el método del ejemplo 9, se preparan los



400912

siguientes compuestos, indicados en la tabla 1, a partir de los reactantes mostrados:

- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,4-dinitro-5-fluor-anilino)piridina (No. 6) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 1,5-difluor-2,4-dinitrobenzeno.
5. Tetracloro-4(2,4-dinitroanilino)piridina (No. 8) a partir de 4-amino-tetracloropiridina y 2,4-dinitroclorobenzeno.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-nitro-2,3,5,6-tetrafluor-milino)piridina (No. 12) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y pentafluornitrobenzeno.
10. 4(2,4-dinitroanilino)-tetrafluorpiridina (No. 15) a partir de 4-amino-tetrafluorpiridina y 2,4-dinitroclorobenzeno.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(1-heptafluornaftilamino)piridina (No. 20) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y octafluornaftaleno.
15. 2-fluor-3,5-dicloro-6-metoxi-4(4-ciano-2,3,5,6-tetrafluor-anilino)piridina (No. 21) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2-fluor-6-metoxipiridina y pentafluor-cianobenzeno.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,4,6-trinitroanilino)piridina (No. 22) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 2,4,6-trinitroclorobenzeno.
20. 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(2,4-dinitro-1-naftilamino)piridina (No. 25) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 2,4-dinitro-1-cloronaftaleno.
25. 4(2-ciano-4-nitroanilino)-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina



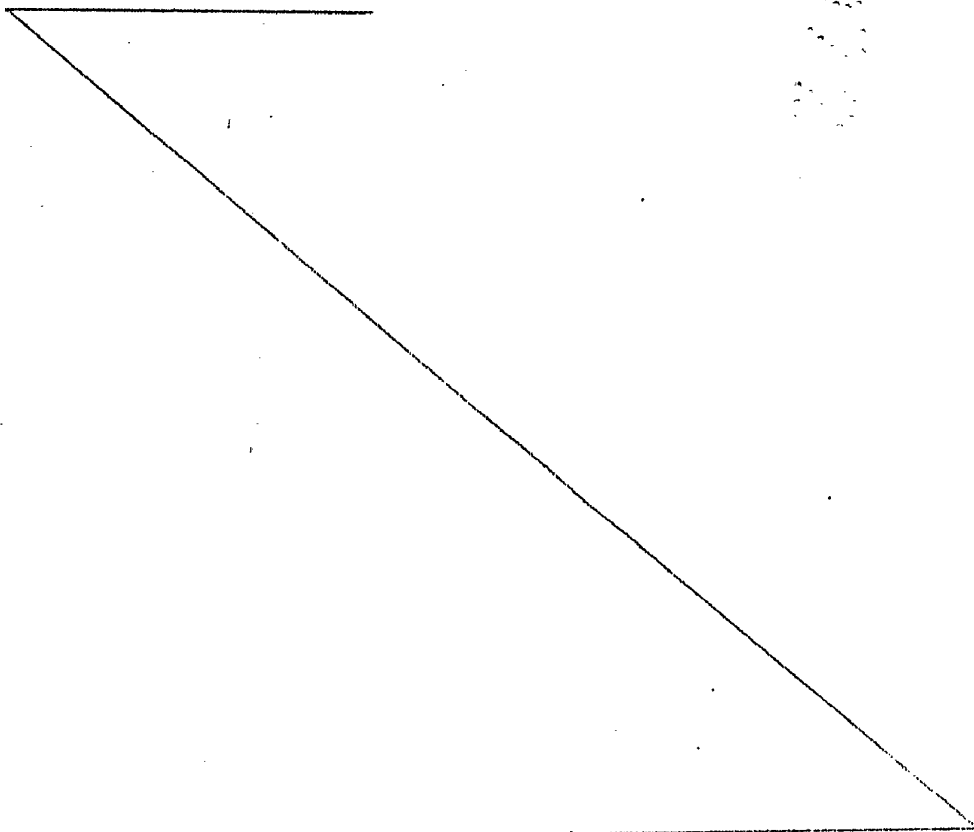
- (No. 26) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 2-ciano-4-nitroclorobenceno.
- 4(4-bromo-2,3,5,6-tetrafluoranilino)-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina (No. 30) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-
5. -2,6-difluorpiridina y pentafluorbromobenceno.
- 3,5-dicloro-4(3,4-diciano-2,5,6-trifluoranilino)-2,6-difluorpiridina (No. 33) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 1,2-diciano-tetrafluorbenceno.
- 4(4-ciano-2,6-dinitroanilino)-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina (No. 34) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 4-ciano-2,6-dinitroclorobenceno.
- 4(5-fluor-2,4-dinitroanilino)tetracloropiridina (No. 35) a partir de 4-aminotetracloropiridina y 1,5-difluor-2,4-dinitrobenceno.
15. Tetrafluor-4(2,4,6-trinitroanilino)piridina (No. 37) a partir de 4-amino-tetrafluorpiridina y 2,4,6-trinitroclorobenceno.
- 4(2,4-dinitro-5-fluoranilino)tetrafluorpiridina (No. 39) a partir de 4-aminotetrafluorpiridina y 1,3-difluor-4,6-dinitrobenceno.
20. 4(4-ciano-2,3,5,6-tetrafluoranilino)tetracloropiridina (No. 42) a partir de 4-aminotetracloropiridina y pentafluórcianobenceno.
- 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(3,5-difluor-2,4,6-tricloroanilino)piridina (No. 43) a partir de 4-amino-3,5-dicloro-2,6-difluorpiridina y 1,3,5-tricloro-2,4,6-trifluorbenceno.
- 25.



400912

Ejemplo 11

5. Este ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 46 de la tabla 1, se trató 3,5-dicloro-4(4-ciano-2,3,5,6-tetrafluoranilino)-2-fluor-6-metoxipiridina (3,0 g) en éter (40 ml), con isocianato de metilo (0,7 g), se añadió N-metilmorfolina (3 gotas) y la solución se dejó reposar a temperatura ambiente durante una semana. El sólido blanco separado se recristalizó en dicloruro de metileno éter de petróleo (p.e. 40-60°C) para dar el producto (3,3 g).
10. El compuesto No. 45 de la tabla 1 se prepara de forma similar empleando 3,5-dicloro-2,6-difluor-4(4-nitro-tetrafluoranilino)piridina e isocianato de metilo.





400912

Ejemplo 12

Este ejemplo ilustra un concentrado que comprende un aceite miscible que es fácilmente convertible por dilución con agua en un preparado líquido adecuado para fines de pulverización.

5.

El concentrado tiene la siguiente composición:

	<u>% en peso</u>
Compuesto No 1 (tabla 1)	25,0
10. "LUBROL" L (condensado de alquil- fenol/óxido etilénico; "Lubrol" es una marca registrada)	2,5
Dodecylbencenosulfonato cálcico	2,5
"AROMASOL" H (disolvente de al- quibenceno; "Aromasol" es una mar- ca registrada)	70,0
	<hr/>
	100,0
	<hr/>

15.

Ejemplo 13

Este ejemplo ilustra también un concentrado que se encuentra en forma de un aceite miscible. La composición de este concentrado es la siguiente:

	<u>% en peso</u>
20. Compuesto No. 2 (tabla 1)	25,0
"LUBROL" L ("Lubrol es una marca registrada)	4,0
Dodecylbencenosulfonato cálcico	6,0
25. "AROMASOL" H ("Aromasol es una mar- ca registrada)	65,0
	<hr/>
	100,0
	<hr/>



400912

Ejemplo 14

Este ejemplo ilustra un polvo humectable que tiene la siguiente composición:

	<u>% en peso</u>
5. Compuesto No. 3 (tabla 1)	25,0
Silicato sódico	5,0
Lignosulfonato cálcico	5,0
Arcilla caolínica	65,0
	<hr/>
	100,0
	<hr/>

10. Ejemplo 15

Este ejemplo ilustra un fluido pulverizable que comprende una mezcla consistente en un 25 % en peso del compuesto No. 4 de la tabla 1 y un 75 % en peso de xileno.

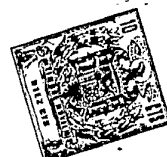
Ejemplo 16

15. Este ejemplo ilustra un polvo espolvoreable que se puede aplicar directamente a las plantas u otras superficies y comprende 1 % en peso del compuesto No. 5 de la tabla 1 y 99 % en peso de talco.

Ejemplo 17

20. Se mezclaron en un mezclador adecuado 25 partes en peso del compuesto No. 6 de la tabla 1, 65 partes en peso de xileno y 10 partes de un alcohol de alquilaril poliéter ("Triton" X-100; "Triton" es una marca registrada). De

400912



esta forma se obtuvo un concentrado en emulsión que se podía mezclar con agua para producir una emulsión apropiada para su empleo en aplicaciones agrícolas.

Ejemplo 18

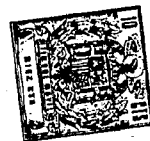
5. Se mezclaron completamente 5 partes en peso del compuesto No. 7 de la tabla 1, en un mezclador apropiado, con 95 partes en peso de talco. De esta forma se obtuvo un polvo de espolvoreo.

Ejemplo 19

10. Se mezclaron completamente 10 partes en peso del compuesto No. 19 de la tabla 1, 10 partes de un condensado de octilfenol-óxido de etileno ("Lissapol" NX; "Lissapol" es una marca registrada) y 80 partes en peso de alcohol de diacetona. De esta forma se obtuvo un concentrado que, al mezclarlo con agua, dio una dispersión acuosa idónea para aplicaciones en forma de pulverización para combatir plagas de insectos.

Ejemplo 20

20. Este ejemplo ilustra una formulación líquida concentrada en forma de emulsión. Se mezclaron entre sí los ingredientes indicados a continuación en las proporciones expuestas y se agitó la mezcla hasta que se formó la dispersión de los componentes.



400912 % en peso

	Compuesto No. 1 (tabla 1)	20
	"LUBROL" L ("Lubrol" es una marca registrada)	17
	Dodecibencenosulfonato cálcico	3
5.	Dicloruro de etileno	45
	"AROMASOL" H ("Aromasol" es una marca registrada)	15
		<hr/>
		100
		<hr/>

Ejemplo 21

Se molieron los ingredientes indicados a continuación en las proporciones indicadas para producir una mezcla en polvo fácilmente dispersable en líquidos.

10.		<u>% en peso</u>
	Compuesto No. 1 (tabla 1)	50
	Dispersol T ("Dispersol" es una marca registrada)	5
15.	Arcilla caolínica	45
		<hr/>
		100
		<hr/>

Ejemplo 22

Se preparó una composición en forma de gránulos fácilmente dispersables en un líquido (agua por ejemplo) moliendo juntos los cuatro primeros ingredientes indicados a continuación en presencia de agua y después se incorporó



el acetato sódico. Se secó la mezcla y después se pasó por un tamiz del tamaño 44-100 de malla, Normas Británicas, para obtener el tamaño deseado de gránulos.

	<u>% en peso</u>
5. Compuesto No. 2 (tabla 1)	50
Dispersol T	12,5
Goulac	5
Dodecibencenosulfonato sódico	12,5
Acetato sódico	20
	<hr/>
10.	100
	<hr/>

Ejemplo 23

Se preparó una composición granular disolviendo el ingrediente activo en un disolvente, nebulizando la solución obtenida sobre los gránulos de piedra pómez y dejando que se evaporara el disolvente.

	<u>% en peso</u>
15. Compuesto No. 2 (tabla 1)	5
Gránulos de piedra pómez	95
	<hr/>
	100
	<hr/>

20. Ejemplo 24

Se preparó una dispersión acuosa mezclando y moliendo los ingredientes a continuación en las proporciones expuestas.



400912

	<u>% en peso</u>
Compuesto No. 3 (tabla 1)	40
Lignosulfonato cálcico	10
Agua	50
	<hr/>
	100
	<hr/>

5.

Ejemplo 25

Se investigó, la actividad de los compuestos de la invención contra una amplia variedad de enfermedades bacteriales de las plantas y enfermedades saprofiticas fungales de post-recogida, en la forma siguiente. Se disolvieron o suspendieron 5 mg del compuesto a ensayar en 10 cc de acetona y se añadió una cantidad suficiente de esta solución o suspensión a 18 cc de agar nutriente (para la enfermedad bacterial) ó 16 cc de agar de malta al 2 % (para la enfermedad fungal), para dar una concentración final de 50 partes por millón del compuesto a ensayar. Al agar de malta se añadieron 2 cc de un preparado de estreptomycin que contenía 100 unidades/cc, para evitar la contaminación bacterial de los ensayos fungales. Los preparados de agar fueron secados durante la noche en platos de petri y a la mañana siguiente se inocularon con la enfermedad bacterial o fungal empleando un inoculador de multipuntos. La actividad antibacterial se evaluó después de 5 días y la actividad antifungal después de 6 días.

10.

15.

20.

400912



Los resultados de los ensayos se indican a continuación en la tabla 16 (actividad antibacterial) y en la tabla 17 (actividad antifungal). La graduación de los resultados es como en el ejemplo 1 anterior. En la tabla 15 se indican los nombres de los organismos de la enfermedad.

T A B L A 15

Organismo de la enfermedad bacterial	Clave tabla 16	Organismo de la enfermedad fungal	Clave tabla 17
<i>Agrobacterium tumifaciens</i>	B1	<i>Nigrospora aphaerica</i>	F1
<i>Corynebacterium michiganense</i>	B2	<i>Phytophthora eitrophthora</i>	F2
<i>Xanthomonas malvacearum</i>	B3	<i>Alternaria citri</i>	F3
<i>Erwinia carotovora</i>	B4	<i>Diplodia natalensis</i>	F4
<i>Xanthomonas oryzae</i>	B5	<i>Phomopsis citri</i>	F5
<i>Pseudomonas syringae</i>	B6	<i>Ceratostyxis paradoxa</i>	F6
<i>Streptomyces scabies</i>	B7	<i>Gloesporium musarum</i>	F7
<i>Pseudomonas mors-prunorum</i>	B8	<i>Penicillium digitatum</i>	F8

- 66 - 400912



T A B L A 15 (Continuación)

Organismo de la enfermedad bacterial	Clave tabla 16	Organismo de la enfermedad fungal	Clave tabla 17
<i>Pseudomonas phaseolicola</i>	B9	<i>Phoma exigua</i>	F9
<i>Erwinia amylovora</i>	B10	<i>Botrytis tulipae</i>	F10
		<i>Botrodiploia theobromae</i>	F11
		<i>Fusarium caeruleum</i>	F12

T A B L A 16

Compuesto No. (tabla 1)	Clave de la enfermedad (tabla 15)									
	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10
1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
6	3	3	3	1	2	2	1	1	0	1
15	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
19	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
20	0	3	3	2	1	2	2	0	0	0
21	2	3	3	3	2	3	3	1	2	3

00778

400912

- 67 -



T A B L A 16 (Continuación)

Compuesto No. (ta- bla 1)	Clave de la enfermedad (tabla 15)									
	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10
24	3	3	3	3	3	3	3	2	3	2
29	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
33	3	3	3	3	3	3	3	0	0	3
34	0	3	2	0	2	3	3	0	0	1
35	0	0	0	0	1	2	2	0	0	2
40	2	2	3	1	2	1	2	1	1	2
41	3	0	2	1	1	1	0	0	3	2
44	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3

T A B L A 17

Compuesto No. (tabla 1)	Clave de la enfermedad (tabla 15)											
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11	F12
1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
19	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
24	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
29	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
33	3	3	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3
34	3	3	3	3	3	3	3	2	3	3	3	3



T A B L A 17 (Continuación)

Compuesto No. (tabla 1)	Clave de la enfermedad (tabla 15)											
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11	F12
40	3	3	3	3	3	3	3	0	3	3	3	0
41	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
44	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3

Ejemplo 26

Este ejemplo ilustra la actividad insecticida de los compuestos usados como ingredientes activos de las composiciones de la invención. Los compuestos fueron sometidos a un ensayo en el que se aplica una solución del compuesto a un papel de filtro sobre el cual se mantienen larvas de moscardas (Lucilia serrata). El papel de filtro sobre el cual se mantienen las larvas de moscardas, se impregna con suero de caballo. Los efectos tóxicos producidos por los compuestos usados en las composiciones de la invención, son evaluados mediante comparación con los efectos de los insecticidas conocidos. Los resultados se expresan en una escala de 1 a 6, en donde 5 representa una actividad insecticida igual a la del insecticida conocido y 6 representa una actividad 10 veces más elevada que la de un standard. Los resul-



400912

todos se indican en la siguiente tabla 18.

T A B L A 18

Compuesto No.	Actividad relativa a . lindane
19	5
22	5
25	5
28	6
34	5
37	5

5. En un ensayo similar realizado con larvas de la garrapata Boophilus microplus mantenida sobre el papel de filtro (sin adición de suero de caballo), se encontró que el compuesto No. 28 era 10 veces más tóxico que lindane hacia este organismo.

400912



A continuación se indican las composiciones o sustancias representadas por las varias marcas y nombres comerciales citadas en los ejemplos anteriores.

5. "LUBROL" L es un condensado de 1 mol de nonilfenol con 13 moles de óxido de etileno.
- "AROMASOL" H es una mezcla disolvente de alquilbencenos.
10. "DISPERSOL" T es una mezcla de sulfato sódico y un condensado de formaldehído con la sal sódica de ácido naftalensulfónico.
15. "LUBROL" APN 5 es un condensado de 1 mol de nonilfenol con $5\frac{1}{2}$ moles de óxido de naftaleno.
- "CELLOFAS" B 600 es un espesante de carboximetilcelulosa sódica.
- "LISSAPOL" NX es un condensado de 1 mol de nonilfenol con 8 moles de etileno.

20.

N O T A

=====

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

400912

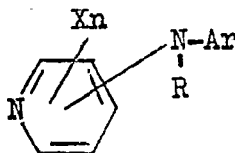


su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con el nº 7291/71 de 19 de marzo de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden

- 5. los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: **PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES HERBICIDAS Y PESTICIDAS;** caracterizándose por lo siguiente:

- 10. 1.- Procedimiento para preparar composiciones herbicidas y pesticidas, caracterizado porque comprende mezclar, como ingrediente activo, una arilaminopiridina de fórmula:

15.



- 20. o una sal de la misma, en la que R representa un átomo de hidrógeno, un radical acilo o un radical hidrocarbilo; Ar representa un radical arilo opcionalmente sustituido por uno o más sustituyentes elegidos entre cloro, bromo, fluor, nitro, ciano, perhalocarbilo, sulfamilo, hidrocarbilo, hidrocarbiloxi o hidrocarbiltio; X representa cloro, bromo, fluor, nitro, ciano, hidrocarbiloxi o hidrocarbiltio; y n es 3 ó 4; con un diluyente sólido o líquido que contiene un agente de superficie activa.

mCe

- 30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el radical arilo es un radical fenilo

400912

-6



o naftilo sustituido.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el grupo arilamino $-N-Ar$ está enlazado a la posición 4 del anillo de piridina.

5. zado a la posición 4 del anillo de piridina.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el grupo R es un átomo de hidrógeno.

10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el grupo arilo porta un sustituyente nitro, ciano o trifluormetilo.

6.- Procedimiento para preparar composiciones herbicidas y pesticidas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 72 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -6 JUN. 1970

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.-

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
P P Firmado: J. Suarez Diaz

Jesús Suárez

ME