



PATENTE DE INVENCION

Case No. 24.272.

406098

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DE
2,6-DINITROANILINA.--

Solicitante AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana,
residente en Berdan Avenue, Township of Wayne,
Estado de New Jersey, EE.UU. de A.--

Int. Cl.²: C07C/A01N

F. e. 9-5-75

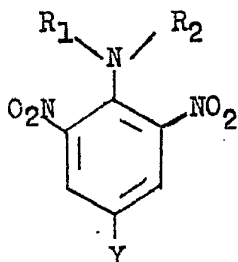
La presente invención se relaciona con un procedimiento para preparar ciertos nuevos compuestos de 2,6-dinitroanilina substituida, útiles como herbicidas de preemergencia.

5. Los nuevos compuestos de 2,6-dinitroanilina de

406098



la presente invención pueden representarse mediante la siguiente fórmula estructural:



I,

5.

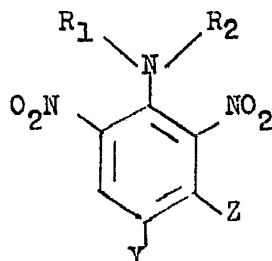
en donde, Y representa halógeno, alquilo de C₁-C₄, alqueni-
 lo de C₂-C₄, CF₃, CN o -SO₂NR₃R₄; Z representa alquilo de
 C₁-C₄, alqueni-
 lo de C₂-C₄ o alquilo de C₁-C₄ mono-substitui-
 do donde el substituyente es halógeno, alcoxi de C₁-C₄ o
 -NR₃R₄; R₁ representa hidrógeno, alquilo de C₁-C₆, alqueni-
 lo de C₂-C₆ o alquini-
 lo de C₂-C₆; R₂ representa alquilo de
 C₂-C₇ (recto, ramificado o cíclico), alqueni-
 lo de C₂-C₆, al-
 quini-
 lo de C₂-C₆, o alquilo de C₁-C₄ mono-substituido donde
 el substituyente es halógeno o alcoxi de C₁-C₄; R₃ y R₄ re-
 presentan cada uno hidrógeno o alquilo de C₁-C₄; y cuando R₁
 y R₂ se toman juntamente representan piperidino, pirrolidino
 o morfolino; con la condición de que cuando Y y Z son metilo
 y R₁ es hidrógeno o etilo, entonces R₂ no puede ser etilo.

10.

15.

20.

Los compuestos precedentemente identificados son
 agentes herbicidas altamente efectivos y particularmente efi-
 caces son aquellos representados mediante la siguiente fór-
 mula estructural:



II,

25.

30.

en donde, Y representa CH₃, CF₃, Cl, CN ó SO₂NHCH₃; Z repre-

406098



5. senta CH_3 ; R_1 representa alquilo de $\text{C}_1\text{-C}_4$ o hidrógeno; R_2 representa alquilo de $\text{C}_2\text{-C}_6$ (recto, ramificado o cíclico, pero preferiblemente ramificado), monoalquilo de $\text{C}_3\text{-C}_4$, o alcoxi-alquilo donde el grupo alquilo es de $\text{C}_3\text{-C}_4$ y el alcoxi es de $\text{C}_1\text{-C}_4$; con la condición de que cuando Y y Z son metilo y R_1 es hidrógeno o etilo, entonces R_2 no puede ser etilo.

10. Estos compuestos representan una clase preferida de compuestos dentro de la clase genérica más amplia precedente y demuestran una marcada superioridad en comportamiento herbicida.

Substituyentes ilustrativos de alquilo inferior son metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, t-butilo, n-pentilo, n-hexilo, 2-pentilo, 3-pentilo, sec-butilo, y similares.

15. Substituyentes ilustrativos de alqueno inferior son etenilo, 1-propenilo, 2-propenilo, 1-butenilo, 2-butenilo, 3-butenilo, 1-pentenilo, 1-hexenilo y similares.

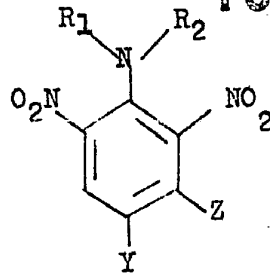
20. Substituyentes ilustrativos de alquino inferior son etinilo, 1-propinilo, 2-propinilo, 1-butinilo, 2-butinilo, 3-butinilo, 1-pentinilo, 1-hexinilo, y similares.

Hidrocarburos cíclicos ilustrativos son ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, y ciclohexilo.

Substituyentes ilustrativos de halógeno son los grupos fluoro, cloro, bromo y iodo.

25. Los métodos herbicidas comprenden aplicar una cantidad herbicidamente efectiva de uno o más compuestos de la siguiente fórmula III a la tierra que contiene las semillas de especies de plantas indeseables a ser controladas.

406098



III,

5.

donde, Y representa halógeno, alquilo de C₁-C₄, alquenilo de C₂-C₄, CF₃, CN, o -SO₂NR₃R₄; Z representa alquilo de C₁-C₄, alquenilo de C₂-C₄ o alquilo de C₁-C₄ mono-substituido donde el substituyente es halógeno, alcoxi de C₁-C₄ o -NR₃R₄;

10.

R₁ representa hidrógeno, alquilo de C₁-C₆, alquenilo de C₂-C₆ o alquinilo de C₂-C₆; R₂ representa alquilo de C₁-C₇ (recto ramificado o cíclico), alquenilo de C₂-C₆, alquinilo de C₂-C₆, o alquilo de C₁-C₄ mono-substituido donde el substituyente es halógeno o alcoxi de C₁-C₄;

15.

R₃ y R₄ representan cada uno hidrógeno o alquilo de C₁-C₄; y cuando R₁ y R₂ se toman juntamente representan piperidino, pirrolidino o morfolino.

Preferiblemente, la aplicación de estos compuestos, o ingredientes activos se hace utilizando las composiciones herbicidas descritas más abajo con métodos de aplicación convencionales.

20.

Los compuestos de 2,6-dinitroanilina se preparan mediante una substitución nucleofílica de un l-substituyente, tal como, un grupo cloro, con la amina apropiadamente substituida. Si bién cloro es el substituyente preferido, y la descripción será en términos del mismo otros substituyentes equivalentes convencionales, tales como, bromo o iodo se incluyen aquí. El desplazamiento puede llevarse a cabo con o sin un solvente orgánico, tal como tolueno, benceno o preferiblemente xileno.

25.

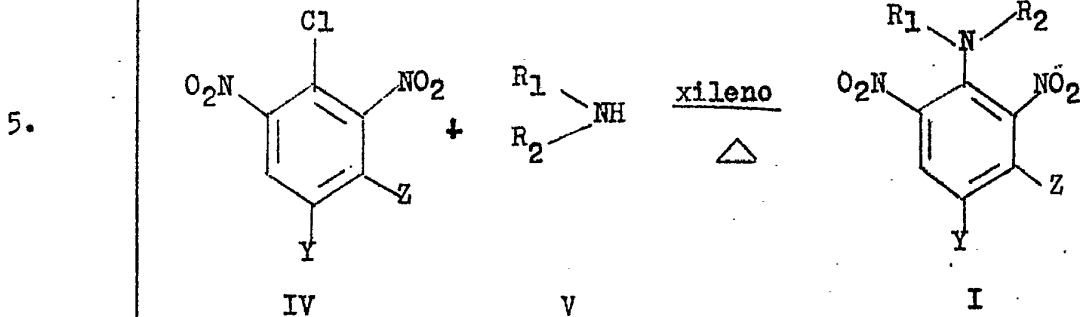
30.

La reacción, que gráficamente se ilustra seguida-

406098



mente, se lleva a cabo calentando los reactivos, preferiblemente entre 50°C y 150°C.



Para fines de una mayor descripción, los ingredientes

10. activos pueden considerarse como estando dentro de una de seis clases de compuestos, clasificadas como tipos A a F. En los compuestos de tipo A, Y es alquilo de C₁-C₄. En compuestos del tipo B, Y es alqueno de C₂-C₄. En compuestos del tipo C, Y es halógeno y preferiblemente bromo o cloro.
15. En compuestos del tipo D, Y es -SO₂NR₃R₄, donde R₃ y R₄ son como se ha descrito anteriormente. En los compuestos de tipo E, Y es trifluorometilo. En los compuestos del tipo F, Y es CN.

20. Los compuestos del tipo A, donde Y y Z son grupos alquilo inferior, pueden prepararse haciendo reaccionar el 2,6-dinitroclorobenceno apropiadamente substituido con la amina apropiada.

25. Los intermediarios de clorobenceno para los compuestos del tipo A pueden prepararse haciendo reaccionar una anilina apropiadamente substituida con cloroformiato de etilo en benceno a aproximadamente 10°C a 50°C para proporcionar la anilina N-(etoxicarbonil)-3,4-substituida correspondentemente substituida. Este producto luego se trata con una solución fría de ácido sulfúrico y nítrico, es decir,
30. a aproximadamente 0°C a 20°C para obtener la N-(etoxicarbo-

406098



5. nil)-3,4-disustituida-2,6-dinitroanilina. La reacción del producto así formado con ácido sulfúrico a una temperatura elevada, preferiblemente entre aproximadamente 100°C y 150°C, convierte el producto de N-(etoxicarbonil) a la 3,4-disustituida-2,6-dinitroanilina. El grupo amino se reemplaza con un átomo de cloro calentando primeramente el compuesto con ácido acético glacial y diazoando la amina con una mezcla de nitrito de sodio en ácido sulfúrico. Esto es seguido por tratamiento de la mezcla diazoada con una mezcla de cloruro cuproso en ácido clorhídrico, y luego calentando la mezcla así formada a aproximadamente 40°C a 80°C para obtener el compuesto clorado.

10. También pueden prepararse intermediarios clorados seleccionados para los compuestos del tipo A haciendo reaccionar una mezcla de ácido sulfúrico fumante y ácido nítrico fumante con 4-cloro-o-xileno aproximadamente 10°C a 60°C, virtiendo la mezcla sobre hielo y separando el sólido precipitado. Recristalización del sólido en metanol u otro alcohol de alquilo inferior de C₁-C₄ proporciona el producto de elevada pureza.

15. Compuestos ilustrativos del tipo A que son fácilmente preparados mediante el procedimiento precedente incluyen, por ejemplo: 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N,N-di-n-propil-anilina; N-etil-N-n-propil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N,N-di-n-butil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; 3,4-dimetil-,2,6-dinitro-N-oxidietilenanilina; 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N-pentametenanilina; 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N-tetrametenanilina; N,N-diciclopropil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N,N-dialil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N-etil-N,3,4-trimetil-2,6-dinitroanilina; N,3,4-trimetil-2,6-dinitro-N-(ciclopropil)



5. anilina; N,N-dipropargil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N,N-bis-(1-butén-3-il)-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N-etil-3-isopropil-4-metil-2,6-dinitroanilina; 3-sec-butil-4-metil-2,6-dinitro-N,N-dimetilanilina; N,N,3,4-tetrametil-2,6-dinitroanilina; N,N-di-etil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N,3,4-trimetil-2,6-dinitro-N-propilanilina; N-ciclobutil-N,3,4-trimetil-2,6-dinitroanilina; 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N,N-(díciclopropilmetil)anilina; N,3,4-trimetil-2,6-dinitroanilina; N-etil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N-(ciclopropil)anilina; N-isopropil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N-alil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N-n-butil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; N-sec-butil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina; y 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N-3-pentilanilina.
- 10.
15. Los derivados de 3,4-di-etilo, derivados de 3-metil-4-etilo, derivados de 3-etil-4-metilo, 3-etil-4-propilo, 3,4-di-isopropilo, 3,4-di-n-propilo, 3,4-di-n-butilo, 3,4-di-sobutilo, 3-propil-4-butilo, y 3-metil-4-isopropilo de las 2,6-dinitroanilinas anteriormente mencionadas, son similarmente preparados mediante el procedimiento precedente, utilizando el 3,4-disustituido-2,6-dinitroclorobenceno apropiado y amina apropiada.
- 20.
25. Los compuestos del tipo B, donde Y representa un grupo alquénilo inferior de C₂-C₄, se preparan mediante el procedimiento descrito anteriormente. La reacción se lleva a cabo preferiblemente en xileno a una temperatura entre aproximadamente 50°C y 150°C e involucra la reacción de un 3-sustituido-4-alquénilo-2,6-dinitroclorobenceno con la amina apropiada. En esta reacción, Z es preferiblemente metilo o etilo, si bien puede ser cualquiera de los radicales previa-
- 30.

406098



mente descriptos para el mismo.

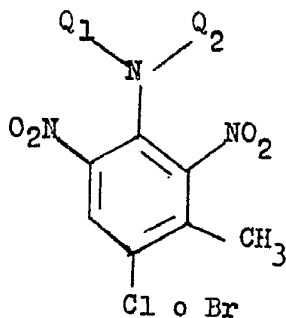
Compuestos ilustrativos del tipo B, que pueden prepararse mediante este procedimiento incluyen, por ejemplo:

- 5. N-sec-butil-4-isobutenil-3-metil-2,6-dinitroanilina; 4-isopropenil-3-metil-2,6-dinitro-N,N-di-n-propil-anilina; N,3-dimetil-2,6-dinitro-4-n-propenil-anilina; y 4-isopropenil-N,N,3,5-tetrametil-2,6-dinitroanilina.

10. Un método preferido para la preparación de los compuestos del tipo C en donde Y es halógeno y Z es alquilo inferior involucra la reacción de un dihalo-dinitroalquilbenceno, tal como 3,6-dihalo-2,4-dinitrotolueno, con la amina apropiada. La reacción se lleva a cabo preferiblemente en presencia de un solvente orgánico, tal como alcoholes de C₁-C₄, toluen y similares. La reacción puede llevarse a cabo a

15. temperatura ambiente, si bién generalmente se emplea ventajosamente un calentamiento.

Los compuestos del tipo C que tienen la siguiente estructura pueden prepararse mediante el procedimiento descrito en Chemical Abstracts 44: 1433g; 66: 109, 220k; y 54: 9921c:



VI,

25. donde Q₁ y Q₂ son hidrógeno o metilo.

Los compuestos del tipo D, en donde Y representa un grupo -SO₂NR₃R₄, pueden sintetizarse haciendo reaccionar,

30. a una temperatura elevada, una 1-cloro-3-substituida-2,6-di-

406098

5. nitro-4-sulfonamida o sulfonamida alquil-substituida con una amida, preferiblemente en un solvente orgánico, tal como xileno, tolueno o similares. Los intermediarios para esta reacción puede prepararse haciendo reaccionar m-clorotolueno con ácido sulfúrico y nitrato de potasio para formar el 4-cloro-3,5-dinitro-o-toluensulfonato de potasio que se convierte al correspondiente cloruro de o-toluensulfonilo mediante reacción con pentacloruro de fósforo y oxiclорuro de fósforo. El cloruro de toluensulfonilo así formado luego se trata con amoníaco, alquilamina o dialquilamina en acetona a 0°C-25°C para obtener la correspondiente o-toluensulfonamida. Tratamiento de este producto con la amina apropiada (es decir, $\begin{matrix} R_1 \\ \diagdown \\ NH \\ \diagup \\ R_2 \end{matrix}$, donde R_1 y R_2 son como se ha descripto anteriormente) luego proporciona la 4-sulfamoil o alquil-substituida sufamoil-2,6-dinitroanilina de la presente invención.
- 10.
15. Ilustrativos de compuestos del tipo D que pueden prepararse mediante el procedimiento de la presente invención son: 3-metil-2,6-dinitro-N⁴,N⁴-di-n-propil-4-sulfamoil-anilina; N⁴-sec-butil-3-metil-4-(metilsulfamoil)-2,6-dinitro-anilina; 4-(dimetilsufamoil)-3-metil-2,6-dinitro-N⁴-3-pentil-anilina; N⁴,3-dimetil-2,6-dinitro-4-sulfamoilanilina; 3-metil-N⁴-oxidietilen-2,6-dinitro-4-sulfamoilanilina; 3-metil-4-(metilsufamoil)-2,6-dinitro-N⁴-pentametilenanilina, 3,5-dimetil-4-(metilsulfamoil)-2,6-dinitro-N⁴-tetrametilenanilina.
- 20.
- 25.
30. Los compuestos del tipo E pueden prepararse haciendo reaccionar el apropiado 3-substituido-4-trifluorometil-2,6-dinitroclorobenceno con la amina apropiada, preferiblemente calentando los reactivos en presencia de un solvente orgáni-



406098

co tal como benceno, tolueno o similares.

La preparación de los intermediarios de clorobenceno para uso en esta reacción se describe por Newman and Pin-

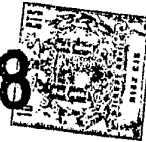
5. kus, Journal of Organic Chemistry 19: 978 y Von Auwers y Julicker, Chemische Berichte 55: 2167 (1922). Por ejemplo, puede tratarse un 4-metilfenol con tricloruro de aluminio en tetracloruro de carbono para obtener 2,5-ciclohexadien-1-ona que se trata con pentacloruro de fósforo para proporcionar 3-metil-4-triclorometilclorobenceno. Cuando este último compuesto se trata con SbF_3 , se obtiene 1-cloro-3-metil-4-(trifluormetil)benceno. Este producto puede nitrarse utilizando una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico para dar el intermediario, 1-cloro-3-metil-2,6-dinitro-4-(trifluormetil)benceno.

15. Ilustrativos de compuestos del tipo E que pueden prepararse mediante este procedimiento incluyen, por ejemplo: 3-metil-2,6-dinitro-N,N-di-n-propil-4-(trifluormetil)anilina; N-sec-butil-3-metil-2,6-dinitro-4-(trifluormetil)anilina; 3-metil-2,6-dinitro-N-3-pentil-4-(trifluormetil)anilina; N-ciclopropil-3-metil-2,6-dinitro-4-(trifluormetil)anilina; y 3-etil-2,6-dinitro-N-isopropil-4-(trifluormetil)anilina.

25. Los compuestos del tipo F se preparan haciendo reaccionar el 3,5-disustituido-4-ciano-2,6-dinitroclorobenceno apropiado con la amina apropiada.

30. Los cloruros de o-toluilo pueden prepararse haciendo reaccionar ácido 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluico con pentacloruro de fósforo. El cloruro de o-toluilo resultante luego se trata con amoníaco en acetona fría para proporcionar la correspondiente 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluamida que se con-

406098



vierte a correspondiente nitrilo mediante reacción con pentóxido de fósforo o preferiblemente con POCl_3 .

5. Las composiciones herbicidas de preemergencia de la presente invención son formulaciones sólidas líquidas que comprenden una cantidad efectiva de uno o más de los compuestos de 2,6-dinitroanilina de Fórmula I, o preferiblemente Fórmula II, y aquellos compuestos que corresponde a la Fórmula I en donde R_2 también representa metilo con un coadyuvante herbicida, es decir, un portador inerte u otro auxiliar de formulación convencional.

10. La preparación de dichas composiciones involucra en forma general mezclar una cantidad efectiva del agente herbicida y coadyuvante.

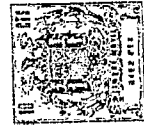
15. El uso de dichas composiciones involucra en general la aplicación de una cantidad efectiva de dichos compuestos o preferiblemente dichas composiciones a la tierra que contiene semillas de las plantas que deben ser controladas.

20. Típicas formulaciones incluyen, por ejemplo, polvos, concentrados en polvo, polvos humectables, granulados, y similares. La aplicación mediante métodos y equipos convencionales se hace generalmente a regímenes de aproximadamente 0,14 kg/ha a aproximadamente 22,4 kg/ha y preferiblemente 0,28 a 8,96 kg/ha de material activo.

25. Los polvos generalmente se preparan moliendo juntamente de aproximadamente 1% a 15% en peso del material activo con aproximadamente 99% a 85% en peso de un diluyente sólido, tal como "Attaclay", caolín, tierra de diatomeas, tierra de batan, talco, piedra pomes, o similares.

30. Los concentrados en polvos se preparan de manera similar a los polvos excepto que se utiliza generalmente apro-

406098



ximadamente 15% a aproximadamente 95% en peso de material activo.

5. Las formulaciones granulares pueden prepararse aplicando una solución líquida del material activo a portadores granulares sortivos tales como "Attaclay", caolín, o granulos de diatomita. Alternativamente, puede mezclarse con portadores inertes y aplicarse a granulos no-sortivos, tales como arena o piedra caliza.

10. Los polvos humectables se preparan moliendo el ingrediente activo con un portador sólido, tal como el que se utiliza en las formulaciones de polvo. Generalmente, se utiliza aproximadamente 25% a 75% en peso de material activo y de aproximadamente 73% a 23% en peso de portador sólido. Además, generalmente se agrega aproximadamente 1% a 5% en peso de un agente dispersante, tal como sales de metales alcalinos de ácido sulfúrico y mezclas aniónicas-no iónicas, y de aproximadamente 1% a 5% en peso de un agente tensioactivo, tal como alcoholes de polioxietileno, ácidos, aductos, ésteres de ácido graso de sorbitan y ésteres de sorbitol. Formulaciones típicas por ciento en peso se dan seguidamente.

15.

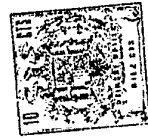
20.

TABLA I

Formulaciones en Polvo Humectable Típicas

A	Ingredientes
25%	3,4-dimetil-2,6-dinitro-N-3-pentilánilina
65%	"Attaclay"
5%	lignosulfonato sódico
5%	N-metil-N-oleoil taurato sódico

25.



406098

B Ingredientes

- 33% N-sec-butil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina
- 59% "Attaclay"
- 5. 5% lignosulfonato sódico
- 3% alquifenoxi polioxietilen etanol

C Ingredientes

- 10. 40% 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N,N-dipropilaniilina
- 50% dióxido de silicio hidratado prepitado (Hi-sil)^a
- 5% lignosulfonato sódico
- 3% mezcla aniónica-noiónica (MAL-77L)^b
- 15. 2% agente humectante

a De Pittsburg Plate Glass Company

b De Wm. Cooper y Sohinos.

20. Las formulaciones en polvo humectable generalmente se dispersan en agua y se aplican como un rocío líquido al área o lugar donde se desea el control de las especies de plantas indeseables.

25. Para uso como herbicidas de preemergencia, los polvos o rocíos líquidos que contiene el compuesto activo pueden aplicarse a la tierra poco después de la plantación o pueden incorporarse en la tierra mediante la técnica referida como incorporación preplantal.

30. La presente invención y preparación de los ingredientes activos se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos que no deben interpretarse como limitati-

406098



vos de los mismos. Las partes y porcentajes se dan en peso a menos que se indique lo contrario.

EJEMPLO 1

Preparación de 3,4-dimetil-2,6-dinitroclorobenceno

5. Se disuelven 2 g de 3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina [Chemical Abstracts 44 4447 (1950)] en 40 ml de ácido acético glacial caliente. La solución se enfría hasta temperatura ambiente y se agrega muy lentamente una mezcla de 0,9 g de nitrito de sodio en 7 ml de ácido sulfúrico concentrado dejando un sólido en la mezcla. Esta mezcla luego se agrega a una solución de cloruro cuproso en ácido clorhídrico concentrado. La solución de cloruro cuproso se prepara disolviendo 3,24 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua y agregando NaCl a la solución caliente. Mientras se mantiene la solución azul en un baño de hielo, se agrega una solución de 1,24 g de meta-bisulfito de sodio y 0,52 g de NaOH en 12 ml de agua. Se forma un precipitado blanco y se disuelve en 12 ml de ácido clorhídrico concentrado. La mezcla de diazonio luego se calienta, se filtra, y el sólido se recoge y se cristaliza en ciclohexano. El producto tiene un punto de fusión de 109°C a 111°C. Se repiten los procedimientos utilizando 16 g de la amina, proporcionando 11 g del producto, que tiene un punto de fusión de 111°C a 113°C.
- 10.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 2

Preparación de 3,4-dimetil-2,6-dinitroclorobenceno

25. Se mezclan ácido sulfúrico fumante (750 ml, 23%) y ácido nítrico fumante (240 ml, 90%) a 0°C - 45°C. Luego se agrega 4-cloro-o-xileno (270 g, 193 moles) a 10°C - 60°C. Cuando se completa la adición, la mezcla de reacción se vierte en 8000 ml de hielo y 4000 ml de agua y luego se filtra.
- 30.

406098



5. La torta se lava con 4000 ml de agua 500 ml de metanol y finalmente 500 ml de éter de petróleo. La torta luego se suspende dos veces con 200 ml de xileno y se filtra. La torta de filtros luego se lava con 50 ml de xileno frío y 300 ml de metanol a 50°C. El sólido luego se recristaliza en 2500 ml de metanol y se lava con 0,94 dm³ de éter de petróleo. El rendimiento de sólido blanco es 120 g con punto de fusión 112 a 113°C.

EJEMPLO 3

10. Preparación de 3,4-dimetil-2,6-dinitro-N,N-di-n-propilamina

15. 5 g de 1-cloro-3,4-dimetil-2,6-dinitrobenceno y 5,05 g de di-n-propilamina se disolvieron en benceno y la mezcla se calienta a reflujo. El benceno luego se elimina de la mezcla por ebullición y se agrega tolueno al residuo restante. La mezcla así formada luego se calienta reflujo, se filtra y el filtrado se purifica en vacío. El residuo se trata con hexano y la mezcla se enfría en hielo seco y acetona. El sólido de la mezcla se recoge y se seca, tiene un punto de fusión de 42 a 43,5°C y es el producto deseado.

EJEMPLO 4

Preparación de N-n-propil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina

25. Se mezclan 4-cloro-3,5-dinitro-o-xileno (10,0 g, 0,043 mol) y n-propilamina (10,1 g, 0,17 mol) y se somete a reflujo durante 12 hr utilizando un condensador de reflujo eficiente. La mezcla luego se enfría y se vierte en 100 ml de ácido clorhídrico al 5% y se extrae con dietiléter. El extracto de éter se seca sobre sulfato de magnesio. La eliminación del agente secante y el solvente deja un aceite anaranjado que se solidifica fácilmente. El producto se re-

30.



cristaliza en metanol para dar 8,7 g (80%) y un sólido anaranjado con un punto de fusión de 69°C a 70°C.

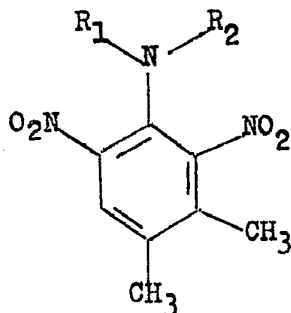
EJEMPLO 5

Preparación de N-sec-butil-3,4-dimetil-2,6-dinitroanilina

- 5. Una mezcla de 4-cloro-3,5-dinitro-*o*-xileno (140 g, 0,61 mol), mono-sec-butilamina (184 ml, 1,82 moles), y xileno (1400 ml) se lleva a reflujo. Luego de calentar bajo reflujo durante la noche, la mezcla de reacción se enfría y se filtra. El precipitado se lava con éter de petróleo. El filtrado y los lavados se combinan, se lavan con 500 ml de ácido clorhídrico al 10%, y finalmente con 2 lt de agua. La capa orgánica se separa y se seca. La eliminación del agente secante y el solvente deja un aceite amarillo que se cristaliza con la adición de éter de petróleo. Se recoge un sólido anaranjado amarillo (150,6 g, 86,5%) con un punto de fusión de 42 a 43°C.
- 10.
- 15.

EJEMPLOS 6 a 50

- 20. Siguiendo los procedimientos generales de los Ejemplos 4 y 5, sustituyendo las aminas ahí utilizadas por la amina apropiada, proporciona productos que tienen la siguiente fórmula y propiedades indicadas en la Tabla II siguiente:



VII,

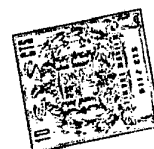


TABLA II


Ejemplo Número	Substituyentes		Punto de Fusión °C	Solvente de Cristalización
	R ₁	R ₂		
6	H	H	141-142	etanol
7	H	C ₃ H _{7-n}	71-71,5	ciclohexano
8	C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	aceite	
9	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	41-42	hexano éter de petróleo
10	CH ₃	CH ₃	84-85	metanol
11			118-119	metanol
12	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	42-43,5	hexano
13	H	CH ₂ C(CH ₃) ₃	88-89	metanol
14	H	$\begin{array}{c} \text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	79-80	
15	H	CH(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂	48-49	
16	H	$\begin{array}{c} \text{CHC}_4\text{H}_9-t \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	100-101	
17	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	aceite	
18	H	$\begin{array}{c} \text{CH}-\text{C}_3\text{H}_7-n \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	40-42	
19	H	C ₆ H _{13-n}	aceite	



TABLA II (continuación)



20	H	C_4H_9-n	68-71	metanol
21	H	$\begin{array}{c} CHC_2H_5 \\ \\ CH_3 \end{array}$	43-44	hexano
22	C_4H_9-n	C_4H_9-n	30-31	metanol
23	H	$CH(CH_3)_2$	67-68	H ₂ O/metanol
24	H	$CH_2CH(CH_3)_2$	46-47	metanol
25	H	$CH_2CH=CH_2$	81-82	metanol
26	H	$\begin{array}{c} CHCH_2CH(CH_3)_2 \\ \\ CH_3 \end{array}$	81-82	metanol
27	C_2H_5	$CH_2CH_2CH_3$	oil	
28	H	$CH(C_2H_5)_2$	56-57	metanol
29	H	$\begin{array}{c} CHCH_2CH_2CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	42-43	metanol
30	H	$CH_2CH_2CH(CH_3)_2$	48-50	metanol
31			106-108	ciclohexano
32			120-122	ciclohexano
33	H	$\begin{array}{c} CH-CH(CH_3)_2 \\ \\ CH_3 \end{array}$	61-63	metanol
34	H	$C(CH_3)_3$	66-67	hexano
35	H	$\begin{array}{c} CH_2CH-C_2H_5 \\ \\ CH_3 \end{array}$	44-45	



TABLA II (continuación)

36	H	$\begin{array}{c} \text{CH}-\text{C}=\text{CH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
37	H	$\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$	88-89	metanol
38	H	$\text{CH}(\text{CH}_3)\text{C}(\text{CH}_3)_3$	100-101	metanol
39	H	$\begin{array}{c} \text{CH}(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	79-80	metanol
40	H	$\text{CH}(\text{C}_3\text{H}_7-n)_2$	48-49	metanol
41	CH_3		57-60	éter de petróleo
42	H	$\begin{array}{c} \text{CHC}_4\text{H}_9-n \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	51-53	
43	H	$\begin{array}{c} \text{CHCH}_2\text{OCH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	aceite	
44	CH_3	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$	aceite	
45	H	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{OCH}_3)_2$	72-73	
46	H	$\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OCH}_3$	46-47,5	
47	H	$\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{Cl}$	aceite	
48	H	$\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{Cl}$	aceite	
49	H	$\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OC}_2\text{H}_5$	47-49	
50	H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$	43-44	

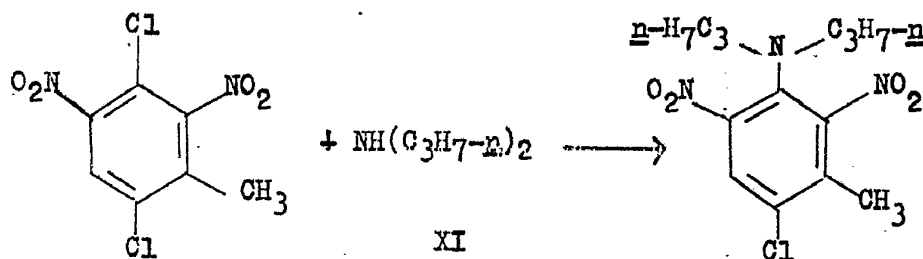
406098



EJEMPLO 53

Preparación de 4-cloro-3-metil-2,6-dinitro-N,N-dipropilamina

5.



10.

VIII

XII

Una solución de 10,04 g (0,04 mol) de 3,6-dicloro-2,4-dinitrotolueno, 12,2 g (0,12 mol) de di-n-propilamina, y 60 ml de tolueno se agita bajo reflujo durante 9 hr. La mezcla se enfría, se diluye con éter, se extrae dos veces con ácido clorhídrico diluido. La fase orgánica luego se extrae consecutivamente con agua, bicarbonato de sodio acuoso, y salmuera y se seca sobre sulfato de magnesio. La evaporación del solvente a presión reducida dá 12,5 g de un aceite. Cristalización del producto en hexano dá 9,08 g de sólido amarillo, p.f. 36 a 38°C. El compuesto analíticamente puro, p.f. 41 a 42°C, se obtiene por recristalización con etanol al 95%.

15.

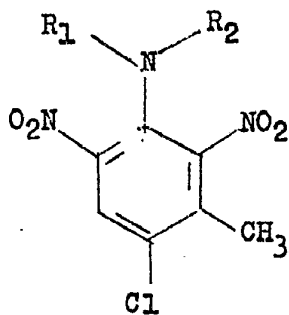
20.

EJEMPLO 54 a 74

Siguiendo el procedimiento general del Ejemplo 45, sustituyendo la di-n-propilamina ahí utilizada por la amina apropiada, proporciona compuestos de la siguiente fórmula estructural que tienen las propiedades indicadas en la Tabla III siguiente:

25.

406098



XIII




TABLA III

Ejemplo numero	Substituyentes		Punto de fusión °C
	R ₁	R ₂	
54	H	H	123-125
55	H	CH ₂ CH ₂ CH ₃	83,5-85
56	H	CH ₂ CH=CH ₂	61-62,5
57	H	CH(CH ₃) ₂	69-70
58	H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	52-55
59	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CHCH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	aceite
60	H	C(CH ₃) ₃	41-46
61	H	CH(CH ₂ CH ₃) ₂	41,5-44
62	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	31-32
63	H	(CH ₂) ₅ CH ₃	32,5-34
64	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CHCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	62,5-65,5

406098



TABLA III (continuación)

65	H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$	42,5-46,5
66	H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN}$	101-104
67			84-87
68	H		93-94
69	CH_3	CH_3	67,5-70
70	C_2H_5	C_2H_5	aceite
71	$\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$	$\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$	aceite
72	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	41-43
73			117-120,5
74	H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$	43-47

EJEMPLO 75

20. Preparación de 4-cloro-3,5-dinitro-o-toluensulfonato de potasio

Se agrega m-clorotolueno (166 g, 1,31 mol) a una mezcla de 1000 ml de ácido sulfúrico concentrado y 170 ml de ácido sulfúrico fumante al 23% y se calienta a 100°C. La solución luego se enfría a 25°C y cuidadosamente se agrega nitrato de potasio (400 g) a 35°C - 45°C. Luego de completarse la adición la reacción se agita durante 1 hr a 40°C- 45°C y luego se calienta lentamente a 100°C y se mantiene entre 100 y 110°C durante 1,5 hr. Finalmente, la mezcla de reacción se enfría y se vierte en 12.000 ml de hielo y el precipitado sólido se recoge. El producto se lava con agua y luego se recrystaliza.

25.

30.



con 5 lt de agua. El rendimiento crudo de la sal de potasio es 305 g.

EJEMPLO 76

Preparación de cloruro de 4-cloro-3,5-dinitro-*o*-toluensulfonilo

5. 60 g de 4-cloro-3,5-dinitro-*o*-toluensulfonato de potasio, 70 g de pentacloruro de fósforo y 130 ml de oxiclорuro de fósforo se mezclan y se someten a reflujo durante 3 hr. La mezcla se filtra para eliminar parte del sólido insoluble. El filtrado se vierte cuidadosamente en agua a 20°C — 30°C.
10. El sólido precipitado se recoge y se disuelve en 500 ml de benceno. La solución de benceno se lava con agua y luego se seca sobre MgSO₄. Luego de separar el sulfato de magnesio, el benceno se concentra a 100 ml y se agregan 400 ml de hexano. El sólido precipitado se recoge y se recristaliza en 300 ml
15. de hexano y 100 ml de benceno para proporcionar 50 g de sólido con un punto de fusión de 105°C a 107°C.

EJEMPLO 77

Preparación de 4-cloro-3,5-dinitro-*o*-toluensulfonamida

20. Se disuelve cloruro de 4-cloro-3,5-dinitro-*o*-toluensulfonilo (10 g, 0,0318 mol) en 150 ml de acetona y se enfría a -15°C. Se condensa amoníaco (1,08 g, 0,064 mol) y luego se vaporiza en la solución de acetona. Cuando se completa la adición, la mezcla de reacción se vierte en un volumen igual de agua y el precipitado sólido se recoge. El rendimiento crudo
25. que es sólido blanco es 6,8 g con un punto de fusión de 205°C a 215°C.

EJEMPLO 78

Preparación de 3-metil-2,6-dinitro-N¹,N¹-dipropilsulfanilamida

30. Una mezcla de 3,4 g de 4-cloro-3,5-dinitro-*o*-toluensulfonamida, N,N-dipropilamina (3,4 g) y 50 ml de tolueno se

406098



5. Llevan a reflujo. En este punto, todo se encuentra en solución. Luego de calentar a reflujo 24 hr, la mezcla se enfría, se lava con agua, ácido diluido y finalmente con agua. La capa orgánica luego se separa y se seca sobre MgSO₄. La separación del agente secante y el solvente proporciona el producto deseado.

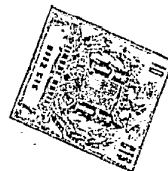
EJEMPLO 79 a 87

10. Siguiendo el procedimiento general del Ejemplo 78, sustituyendo N,N-dipropilamina y 4-cloro-3,5-dinitro-o-toluen-sulfonamida, por la amina apropiada y dinitrosulfonamida, respectivamente, proporciona los productos que tienen la siguiente estructura y propiedades indicadas en la Tabla IV siguiente:

TABLA IV

Ejemplo número	Substituyentes				Punto de fusión °C
	R ₁	R ₂	R ₄	R ₅	
79	H	C ₄ H ₉ - <u>sec</u>	H	H	126-129,5
80	H	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	H	H	108-109
81	H	H	H	H	226-228
82	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	H	CH ₃	140-142
83	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	CH ₃	CH ₃	124-127
84	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	H	-CH-C ₂ H ₅ CH ₃	132-134
85	CH ₃	H	H	CH ₃	206-208
86	H	C ₃ H ₇ - <u>sec</u>	H	CH ₃	118-119
87	H	C ₃ H ₇ - <u>sec</u>	H	C ₄ H ₉ - <u>sec</u>	112-114

406098



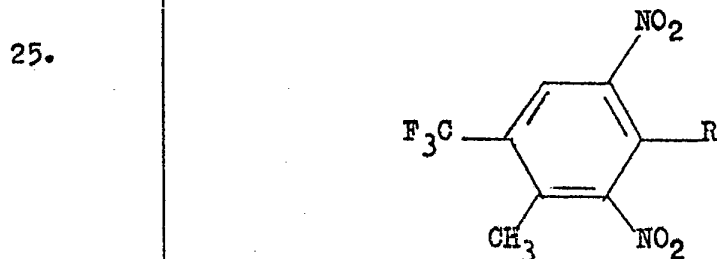
EJEMPLO 88

Preparación de N-sec-butil-3-metil-2,6-dinitro-4-(trifluorometil)anilina

5. Una mezcla nitrante, que consiste en 16,1 ml de H₂SO₄ (d 1,84) y 1,9 ml de HNO₃ (d 1,5), se calienta a 55°C y lentamente se agregan 3,5 g de 5-cloro-2-(trifluorometil) tolueno. La mezcla se calienta durante 1 hr a 55°C seguido por 1 hr a 110°C. La mezcla de reacción se enfría y se vierte sobre hielo para dar 5-cloro-2-(trifluorometil)-4,5-dinitro-
10. tolueno como un sólido de color crema. El producto se cristaliza en ciclohexano para dar 3,6 g de cristales de color crema, con un punto de fusión de 81 a 82°C. Se calienta a reflujo 1,8 g de 5-cloro-2-(trifluorometil)-4,6-dinitrotolueno durante 15 min con 3 ml de mono-sec-butilamina y 30 ml de benceno, se enfría, se filtra, se lava con agua hasta neutralidad, se seca y se purifica en vacío para dar 1,5 g de N-sec-
15. butil-3-metil-2,6-dinitro-4-(trifluorometil)anilina como un sólido amarillo, p.f. 38 a 39°C.

EJEMPLOS 89 a 93

20. Siguiendo el procedimiento general del Ejemplo 88, sustituyendo la mono-sec-butilamina utilizada ahí por amina, proporciona compuestos que tienen la siguiente fórmula estructural y las propiedades indicadas en la Tabla V siguiente:



XV

406098



TABLA V

Ejemplo numero	Substituyente	Punto de fusión °C
	R	
89	$-N(C_3H_7)_2$	32-35
90	$-NHCH(CH_3)_2$	Cristales amarillos 75-76
91	$-N(CH_3)_2$	Cristales amarillos 107-108
92	$-N(C_2H_5)_2$	Aceite castaño anaranjado
93	$-NHCH(C_2H_5)_2$	44-45

15.

EJEMPLO 94

Preparación de cloruro de 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluoilo

10 g de ácido 3,5-dinitro-4-cloro-o-tolúico se calientan en un baño de agua con 9,2 g de pentacloruro de fósforo y 30 ml de benceno. Luego de disolverse los sólidos, el benceno se destila y el óxido de fósforo se elimina bajo presión reducida. El producto deseado como un aceite residual se solidifica al enfriarse.

20.

EJEMPLO 95

Preparación de 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluidamida

Cloruro de 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluoilo se trata con dos equivalentes de amoníaco en acetona fría. La mezcla se vierte en agua y el producto deseado como un sólido precipitado se recoge por filtración.

25.

EJEMPLO 96

Preparación de 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluoitrilo

30.

406098



5. Una mezcla finamente pulverizada de 15,5 g (0,051 mol) de 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluidina se calienta con 12 g (0,084 mol) de pentóxido de fósforo durante 15 min a 300-350°C. El nitrilo resultante se destila del frasco de reacción. Recristalización del producto solidificado en metanol da el producto deseado como un material analíticamente puro.

EJEMPLOS 97 y 98

Preparación de 4-ciano-3-metil-2,6-dinitro-N,N-dipropil-anilina

10. Una mezcla de 4,82 g de 3,5-dinitro-4-cloro-o-toluenitrilo y 3 g de di-n-propilamina en 25 ml de tolueno se somete a reflujo durante 8 hr. La mezcla enfriada luego se lava con agua, ácido diluido, y finalmente con agua. La capa orgánica se separa y se seca sobre MgSO₄. La separación del agente secante por filtración y concentración de filtrado en vacío deja aceite residual que cuando se cristaliza da el producto con un p.f. de 97 a 99°C.

15. Se prepara N-sec-butyl-4-ciano-3-metil-2,6-dinitro-anilina mediante el procedimiento precedente sustituyendo la di-n-propilamina por sec-butilamina. El producto deseado posee un punto de fusión de 102° a 103°C.

EJEMPLOS 99 a 162

20. La actividad herbicida de preemergencia selectiva de los compuestos de la presente invención se ejemplifican mediante los siguientes ensayos en donde las semillas de una variedad de plantas monocotiledonias y dicotiledonias se mezclan separadamente con tierra de plantación y se plantan sobre aproximadamente 2,54 cm de tierra en tiestos de 0,47 dm³ separados. Luego de plantas, los tiestos se rocían con la solución seleccionada de acetona acuosa que contiene el compuesto de ensayo en cantidad suficiente para proveer el equi-

25.

30.

406098



- valente de aproximadamente 1,12 a 4,48 kg por hectárea de compuesto de ensayo por tiesto. Los tiestos tratados luego se colocan en bancos de invernadero, se riegan y se cuidan de acuerdo con procedimientos de invernadero convencionales.
5. Tres o cuatro semanas luego del tratamiento, los ensayos se completan y cada tiesto se examina y se clasifica de acuerdo con el sistema de clasificación indicado más abajo. La capacidad herbicida de los ingredientes activos de la presente invención es evidente a través de los resultados de ensayos
10. que se registran en las tablas siguientes:

SISTEMA DE CLASIFICACION

Sistema de Clasificación	% diferencia entre el desarrollo y control *
--------------------------	----------------------------------------------

	0 - ningún efecto	0
15.	1 - efecto posible	1-10
	2- leve efecto	11-25
	3 - efecto moderado	26-40
	5 - daño definido	41-60
	6 - efecto herbicida	61-75
20.	7 - buen efecto herbicida	76-90
	8 - cerca de destrucción completa	91-99
	9 - destrucción completa	100
25.	4- desarrollo anormal, es decir, una malformación fisiológica definida pero con un efecto total menor de 5 en la escala de clasificación.	
	* En base a la determinación de posición, tamaño, vigor, clorosis, malformación de desarrollo y apariencia de planta total.	

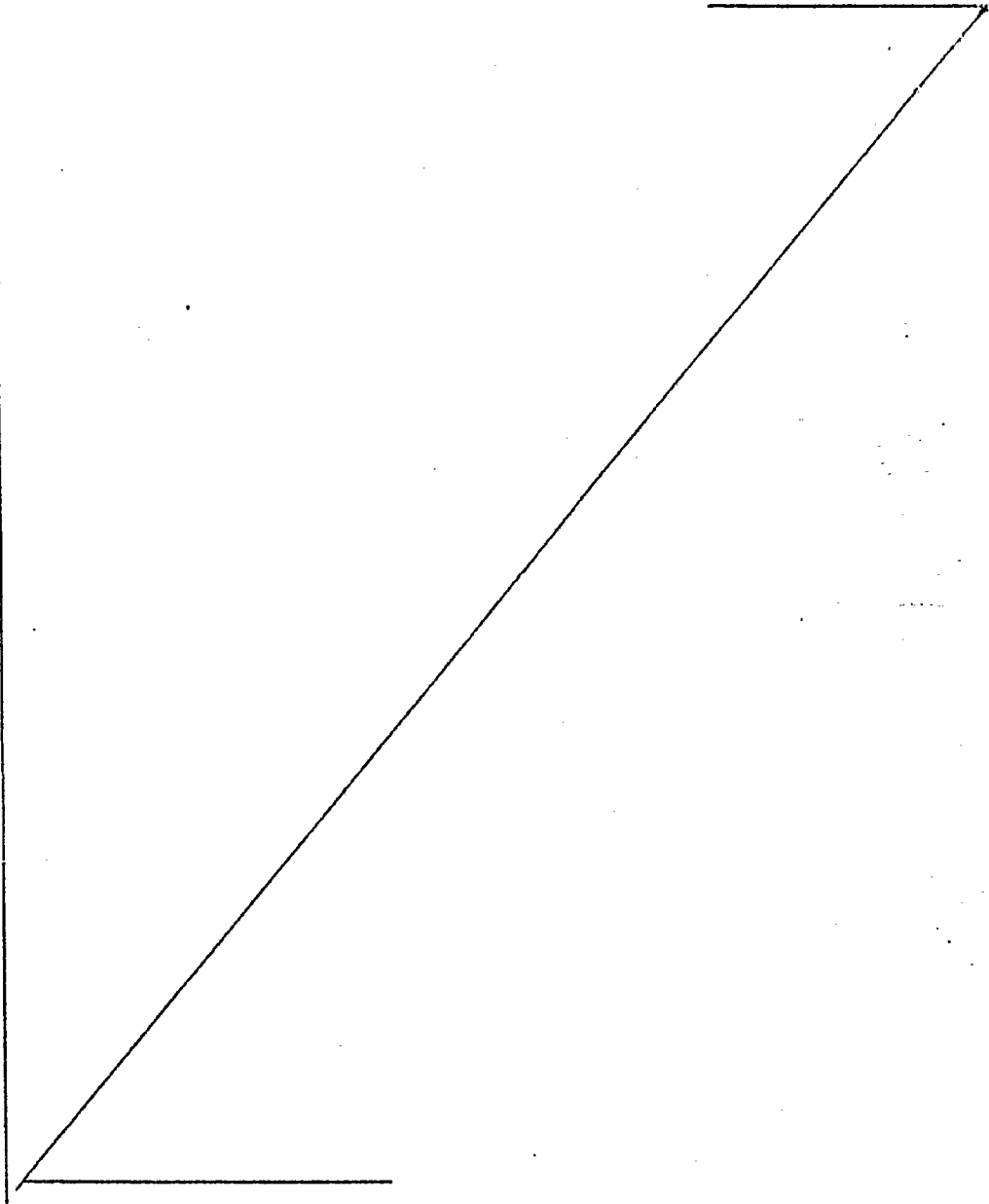
406098

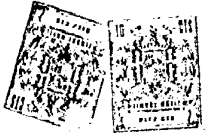


ABREVIATURAS DE PLANTAS

5.

- | | |
|--------------------------|----------------------------|
| CR - pasto salvaje | EA - Pasto de corral |
| VEL - hoja de terciopelo | FOX - Carricera verde |
| PI - chual | MG - Dondiego de día anual |
| LA - chual americano | COT - Algodón |
| COR - Maíz | SB - Remolacha |
| WO - avena salvaje | SOY - Soya |



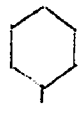


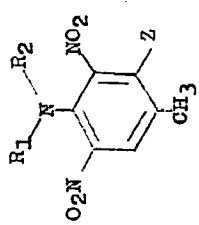
406098

- 31 -

406098

TABLA VI

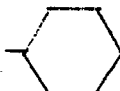
Ej. No.	Z	R ₁	R ₂	Régimen kg ⁿ /Ha.	Especies - Tierra de Invernadero													
					CR	V.L	PI	LA	COR	WO	BA	FOX	MG	COT	SB	SOY		
99	CH ₃	CH ₃	CH ₃	4,48 2,24	7	0	8	5	0	0	1	8	9	0	0	0	0	0
100	CH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	4,48 2,24 1,12	9	0	9	6	1	0	0	9	9	0	0	0	0	0
101	CH ₃	CH ₃		4,48 2,24 1,12	9	0	7	6	0	0	0	8	9	0	0	0	0	0
102	CH ₃	H	CH ₂ CH=CH ₂	4,48 2,24 1,12	9	0	8	7	3	0	0	8	9	0	0	0	0	0
103	CH ₃	H	C ₄ H ₉ -I	4,48 2,24 1,12	9	0	8	6	3	0	0	8	9	0	0	0	0	0
104	CH ₃	H	C ₄ H ₉ -I	4,48 2,24	7	0	7	8	0	1	0	6	7	0	0	0	2	1
105	CH ₃	H	CH(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂	4,48 2,24 1,12	9	6	9	8	0	0	0	7	9	2	0	0	7	8

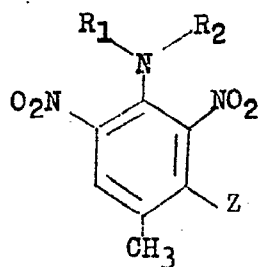


XVI

406098

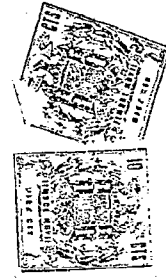
TABLA VI

Ej. No.	Z	R ₁	R ₂	Régimen kgs/Ha	VEL	
					CR	VEL
99	CH ₃	CH ₃	CH ₃	4,48 2,24	7 6	0 0
100	CH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	4,48 2,24 1,12	9 6 7	0 0 0
101	CH ₃	CH ₃		4,48 2,24 1,12	9 8 3	0 0 0
102	CH ₃	H	CH ₂ CH=CH ₂	4,48 2,24 1,12	9 9 8	0 0 0
103	CH ₃	H	C ₄ H ₉ - <u>i</u>	4,48 2,24 1,12	9 9 7	0 1 0
104	CH ₃	H	C ₄ H ₉ - <u>t</u>	4,48 2,24	7 6	0 0
105	CH ₃	H	CH(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂	4,48 2,24 1,12	9 9 8	6 2 0



XVI

406098

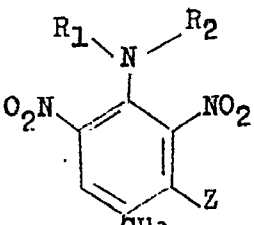


Especies - Tierra de Invernadero

IR	VEL	PI	LA	COR	WO	BA	FOX	MG	COT	SB	SOY
76	00	88	52	00	10	86	98	00	00	00	00
967	000	920	650	110	000	975	973	000	000	000	000
93	000	700	600	000	000	831	931	000	000	000	000
899	000	885	755	300	020	853	985	000	000	200	000
797	010	860	600	300	020	853	985	000	000	200	000
76	00	73	82	01	00	62	75	00	00	21	02
899	620	888	886	000	000	775	987	200	100	787	300

406098


TABLA VI (continuació)

						
Ej. No:	Z	R1	R2			
106	CH ₃	H	CH CH(CH ₃) CH	4,48	2	0
107	CH ₃	H	C ₂ H ₅ CHCH ₂ CH ₂ CH ₃	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 9 8	7 7 5 2 0
108	CH ₃	H	CH ₂ C(CH ₃) ₃	4,48	5	0
109	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	4,48 2,24 1,12	9 9 9	0 0 0
110	CH ₃	H	C ₄ H _{9-n}	4,48 2,24 1,12	9 7 7	0 0 0
111	CH ₃	H	CH ₃ CH-CH ₂ CH ₃	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 9 8	8 8 5 0 0

406098

406098

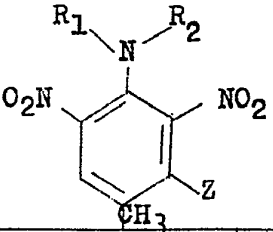

TABLA VI (continuación)

Nº:	Z		R ₁		R ₂		XVI													
	CH ₃	H	CH ₃	H	C ₄ H ₉ -D	C ₃ H ₇ -D	4,48 2,24	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56	4,48 2,24 1,12 0,56			
112	CH ₃		C ₄ H ₉ -D		C ₄ H ₉ -D		8 8	8 8	1 0	5 1	2 0	2 0	0 0	0 0	2 1	8 5	0 0	7 1	0 2	0 0
113	CH ₃		H		C ₃ H ₇ -D		9 9 9 9	9 9 9 9	3 1 1 0	9 8 7 2	0 1 0 1	2 1 0 0	9 9 9 9	9 9 9 9	9 9 9 9	9 9 9 9	9 9 9 9	0 0 0 0	7 5 0 0	0 0 0 0
114	CH ₃		C ₃ H ₇ -D		C ₃ H ₇ -D		9 9 9 8	9 9 9 8	3 1 0 0	9 9 8 6	0 0 0 0	2 0 0 0	9 9 9 9	9 9 9 9	9 8 7 5	9 9 9 9	4 0 0 0	1 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0
115	CH ₃		C ₂ H ₅		C ₄ H ₉ -D		9 8 3 3	9 8 3 3	0 0 0 0	9 8 6 2	0 1 0 0	0 0 0 0	9 9 8 6	9 9 8 6	9 8 6 1	9 9 8 6	0 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0
116	CH ₃		H		C ₃ H ₇ -D		9 9 9	9 9 9	0 0 0	8 8 7	0 0 0	7 2 0	9 8 8	9 8 8	9 8 6	3 8 8	0 0 0	0 0 0	0 0 0	2 0 0
117	CH ₃						7 2 1	7 2 1	0 0 0	8 7 0	0 0 0	0 0 0	5 3 0	5 3 0	9 6 3	5 3 0	0 0 0	0 0 5	0 0 0	0 0 0



406098

TABLA VI (continuaci

						
Nº:	Z	R1	R2			
112	CH ₃	C ₄ H _{9-n}	C ₄ H _{9-n}	4,48 2,24	8 8	1 0
113	CH ₃	H	C ₃ H _{7-i}	4,48 2,24 1,12 0,56	9 9 9 9	3 1 1 0
114	CH ₃	C ₃ H _{7-n}	C ₃ H _{7-n}	4,48 2,24 1,12 0,56	9 9 9 8	3 1 0 0
115	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₄ H _{9-n}	4,48 2,24 1,12 0,56	9 8 3 3	0 0 0 0
116	CH ₃	H	C ₃ H _{7-n}	4,48 2,24 1,12	9 9 9	0 0 0
117	CH ₃			4,48 2,24 1,12	7 2 1	0 0 0

406098

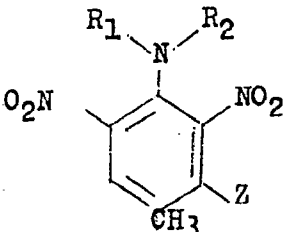


(continuación)

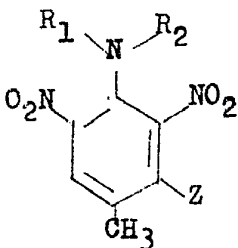


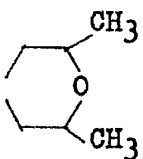
88	10	51	20	20	00	21	85	00	71	02	00
9999	3110	9872	8872	0101	2110	9997	9999	0000	0000	7500	0000
9999	3100	9896	7732	0000	2000	9875	9999	4000	1000	0000	0000
9999	0000	9862	7610	0100	0000	9861	9899	0000	0000	0000	0000
9999	0000	887	871	0000	7200	986	883	0000	0000	0000	2000
721	0000	870	700	0000	0000	963	530	0000	0005	0000	0000

406098

TABLE VI (continuac

						
No:	Z	R ₁	R ₂			
118	CH ₃	H	CH ₃ CHCH ₂ CH(CH ₃) ₂	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 8 6	3 2 0 0 0
119	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₃ H _{7-n}	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 8 6 2	0 0 0 0 2
120	CH ₃	H	C ₂ H ₅ CHC ₂ H ₅	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 9 9	7 7 6 5 5
121	CH ₃	H	CH ₃ CHC ₃ H ₇	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 9 9	7 2 2 0 1
122	CH ₃	H	CH ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	4,48 2,24	9 7	0 0

466098

 XVI				TABLE VI (continued)			
123	CH ₃			4,48 2,24 1,12	9 8 7	1 0 0	5 2 0
124	CH ₃			4,48 2,24 1,12	9 9 7	2 0 0	5 3 0
125	CH ₃	H	CH ₃ CHCH(CH ₃) ₂	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 8 7	7 5 3 0 0	8 7 6 2 2
126	CH ₃	H	CH ₃ CHCH ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	4,48	5	0	0
127	CH ₃	H	CH ₃ CHC ₄ H _{9-t}	4,48 2,24	5 3	0 0	0 0
128	CH ₃			4,48 2,24 1,12	9 8 6	0 0 0	0 0 0
129	CH ₃	H	C ₄ H ₉ CHCH ₃	4,48 2,24 1,12 0,56	9 9 8 7	2 0 0 0	7 5 3 0

406098



(continuacion)

987	100	520	762	723	000	620	875	200	000	000	000
997	200	530	873	000	000	952	987	200	000	000	100
999	753	876	888	100	300	873	997	320	000	600	000
789	000	222	773	110	000	121	511	000	100	000	000
500	000	000	000	000	000	000	200	000	000	000	000
530	000	000	000	000	800	300	000	000	000	000	000
886	000	000	000	000	000	850	872	330	000	200	000
987	200	730	852	000	100	850	986	000	000	200	000

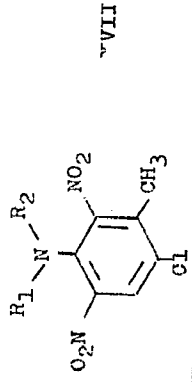
406098

406098



TABLA VII

Ej. No.	R ₁		R ₂	Régimen Kms/Ha.	ESPECIES-TIPIAS DE INVIERNO											
	H	C ₃ H ₇ -H			CR	VEL	PI	LA	COR	FO	RA	FOX	MG	COT	SB	SOY
130	H		C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12	9 9 5	0 0 0	8 7 6	8 7 3	3 0 5	0 0 0	8 6 3	8 6 3	0 0 0	0 0 0	0 0 0	0 0 0
131	C ₃ H ₇ -H		C ₃ H ₇ -H	4,48 2,24 1,12	9 9 9	3 0 0	8 7 7	8 7 6	0 0 0	0 0 0	8 8 6	9 9 8	0 0 0	0 0 0	1 0 0	0 0 0
132	H		C ₆ H ₁₃ -H	2,24 1,12	3 2						0 0	0 0				
133	H		CH ₂ CH=CH ₂	2,24	8						1	7				
134	H		C ₃ H ₇ -I	2,24 1,12 0,66	9 8 5						8 7 3	9 6 3				
135	C ₂ CH=CH ₂		CH ₂ CH=CH ₂	2,24 1,12 0,66 0,33	9 7 6 6						8 6 5 3	9 5 2 3				
136	H		CH ₃ CH ₂ H ₅	2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 9 8						9 8 7 6	9 8 7 8				

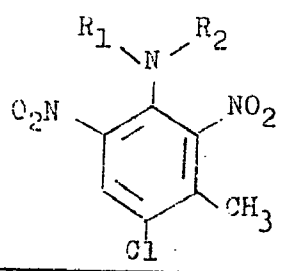


v VII

406098

TABELA VII

Ej. No.	R ₁	R ₂	Régimen kgs/Ha	GR/DC	
				GR	VEL
130	H	C ₃ H _{7-n}	4,48 2,24 1,12	9 9 5	0 0 0
131	C ₃ H _{7-n}	C ₃ H _{7-n}	4,48 2,24 1,12	9 9 9	3 0 0
132	H	C ₆ H _{13-n}	2,24 1,12	3 2	
133	H	CH ₂ CH=CH ₂	2,24	8	
134	H	C ₃ H _{7-i}	2,24 1,12 0,66	9 8 5	
135	C ₂ H ₅ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	2,24 1,12 0,66 0,33	9 7 6 6	
136	H	CH ₃ CHC ₂ H ₅	2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 8 8	



vVII

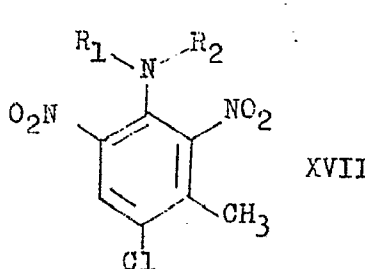


406098



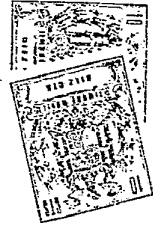
Especies-Tierra de Invernadero											
CR	VCL	PI	LA	COR	VO	RA	FOX	MG	COT	SB	SOY
995	000	876	873	305	000	863	863	000	000	300	000
999	300	877	876	000	000	886	998	000	000	100	100
32						00	00				
8						1	7				
885						873	953				
976						857	953				
889						876	978				

406098

TABLA VII (continua)

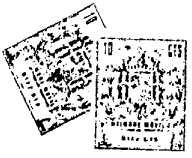
					
Ej. No.	R ₁	R ₂			
137	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2,24 1,12 0,56 0,28	9 3 0	
138			4,48	5	1
139	H	CH ₃ CHCH ₂ CH(CH ₃) ₂	4,48 2,24 1,12	9 9 9	3 2 0
140	H		4,48 2,24	9 7	0 1
141	H	C(CH ₃) ₃	4,48 2,24	5 2	2 0
142	H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	4,48 2,24	8 6	2 0
143	H	C ₂ H ₅ CHC ₂ H ₅	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 9 7	7 6 5 3 0

406098



VII (continuación)

03000							33000	9761				
5	1	0	5	5	0	0	0	0	3	0	0	0
999	30	889	766	000	000	735	899	300	000	135	100	
79	01	11	21	00	00	21	32	25	00	00	11	
25	20	20	00	00	00	00	30	00	00	11	00	
68	20	30	00	00	00	63	75	00	00	00	00	
79999	7667	889	877	000	221	9751	9999	655	0000	6763	0000	

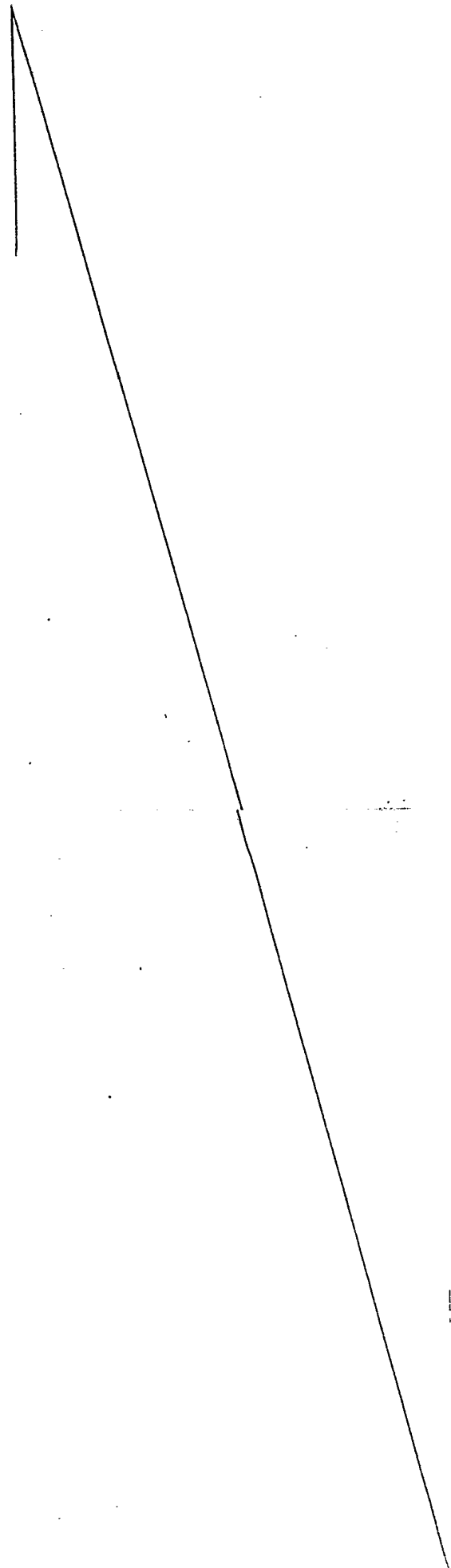


406098

406098

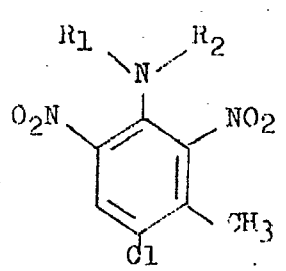
TABLA VII (continuación)

N.º	XVII																		
	R ₁	R ₂	4	5	6	7	8	9	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	0
144	CH ₃	CH ₃	4,48																
145	H	CH ₃ CHC ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	8	8	7	5	0	6	5	2	2	0	3	2	0	0	0	0
				8	8	7	5	0	6	5	2	2	0	3	2	0	0	0	0
				9	9	8	6	1	9	8	7	6	3	2	1	0	0	0	0
				9	9	8	6	1	9	8	7	6	3	2	1	0	0	0	0

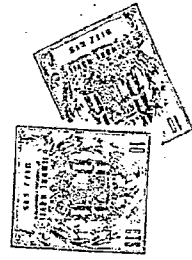


406098

TABLA VII (continua)

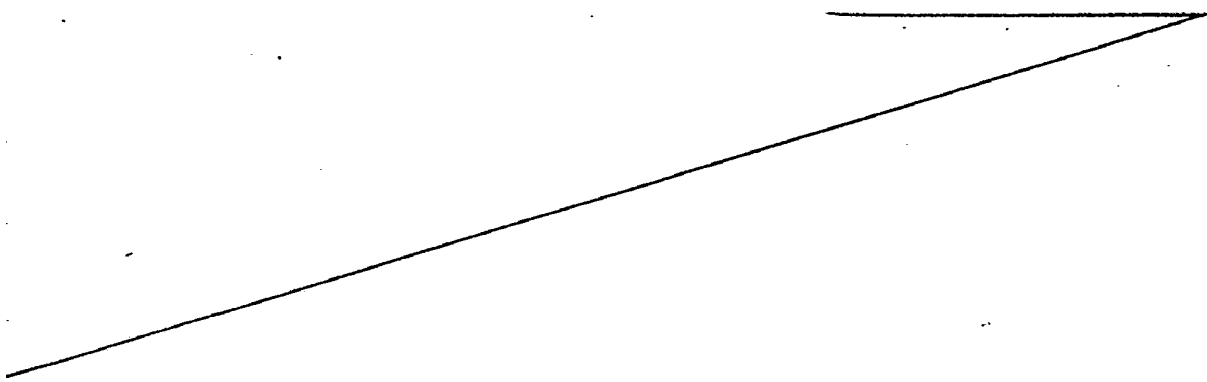
					
Nº	R ₁	R ₂			
144	CH ₃	CH ₃	4,48	3	0
145	H	CH ₃ CHC ₃ H _{7-n}	4,48 2,24 1,12 0,56 0,28	9 9 9 8 8	6 5 2 2 0

406098



(continuación)

3	0	0	5	0	1	2	5	0	0	0	0
9	6	8	8	3	0	9	9	0	0	8	0
9	5	8	8	2	0	7	9	0	0	7	0
9	2	7	7	0	0	7	7	0	0	5	0
6	0	5	5	0	0	6	6	0	0	2	0
0	0	0	0	0	0	3	2	0	0	0	0

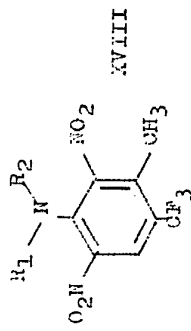


406098

TAHIA VIII

406098

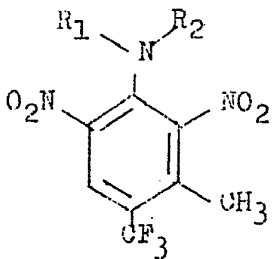
Ej. No.	R ₁		R ₂	Régimen kgs/Ha	Especies-Tierra de Invernadero											
	OH	NO ₂			CR	VHL	PI	LA	COR	WO	EA	FOX	MG	COT	SB	SOY
146	C ₃ H ₇ -n		C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 9 7	3 0 0 0	7 6 6 3	3 2 0 0	2 3 2 2	9 8 8 6	9 9 9 7	3 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0	3 3 0 0	
147	H		CH ₃ CHO ₂ H ₅	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 9 9 7	7 7 6 2 2	8 8 7 6 3	5 5 3 0 0	3 2 2 0 0	9 9 9 9 7	9 9 9 9 7	7 7 6 0 0	5 0 0 0 0	7 6 5 3 2	7 5 2 0 0	
148	H		C ₃ H ₇ -l	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 9 7	5 0 0 0	7 6 0 1 0	0 0 0 0 0	1 0 0 0 0	9 9 9 7 3	9 9 9 9 6	0 0 0 0 0	0 0 0 0 0	3 0 0 1 0	0 0 0 0 0	
149	CH ₃		CH ₃	4,48	3	0	0	2	0	3	3	0	6	0	0	0
150	C ₂ H ₅		C ₂ H ₅	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 9 8 7	0 0 0 0 0	8 7 3 0 0	2 1 0 0 0	3 0 0 0 0	9 8 8 8 6	9 9 9 8 5	2 2 1 3	0 0 0 0 0	3 2 1 0	0 0 0 0 0	
151	H		C ₂ H ₅ CHO ₂ H ₅	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 9 9 9	8 3 7 5 5	9 8 8 8 7	5 3 3 0 0	5 3 2 1 0	9 9 9 9 7	9 9 9 9 8	7 7 6 5 2	7 5 1 0 0	8 9 7 5 2	7 7 5 0 0	



XVIII

406098

TABLA VIII

					
Ej. No.	R ₁	R ₂	Régimen kgs/Ha	VEL	
				CR	VEL
146	C ₃ H _{7-n}	C ₃ H _{7-n}	4,48	9	3
			2,24	9	0
			1,12	9	0
			0,66	7	0
147	H	CH ₃ CHC ₂ H ₅	4,48	9	7
			2,24	9	7
			1,12	9	6
			0,66	9	2
			0,33	7	2
148	H	C ₃ H _{7-i}	4,48	9	5
			2,24	9	0
			1,12	9	0
			0,66	7	0
149	CH ₃	CH ₃	4,48	3	0
150	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	4,48	9	0
			2,24	9	0
			1,12	8	0
			0,66	7	0
151	H	C ₂ H ₅ CHC ₂ H ₅	4,48	9	8
			2,24	9	8
			1,12	9	7
			0,66	9	5
			0,33	9	5

406098



Especies-Tierra de Invernadero											
CR	VHL	PI	LA	COR	WO	BA	FOX	MG	COT	SB	SOY
7999	000	888	767	320	232	888	999	300	000	000	330
7999	000	888	767	320	232	888	999	300	000	000	330
7999	777	888	888	555	333	999	999	777	555	777	755
7999	222	333	555	000	000	777	777	000	000	222	000
799	500	760	760	000	100	889	999	000	000	300	000
799	000	300	100	000	000	366	888	000	000	100	000
3	0	0	2	6	0	3	3	0	0	0	0
7999	000	873	752	210	300	988	999	221	000	321	000
7999	000	873	752	210	300	988	999	221	000	321	000
99999	887	888	988	555	555	999	999	776	750	877	775
99999	557	888	988	555	555	999	999	776	750	877	775

406088

406098

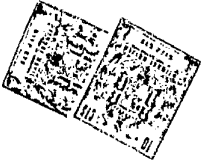
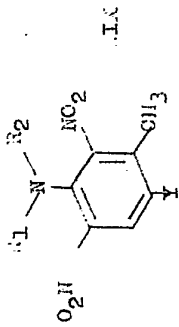


TABLA IX

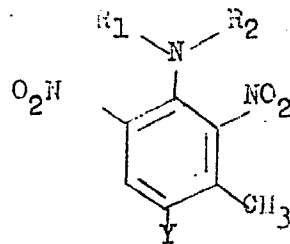
N.º	Y	R ₁	R ₂	Régimen Kee/ha.	Especies-Tierra de Invernadero											
					CR	VIL	VI	LA	GOR	MO	BA	FOX	MG	COF	SB	SOY
152	SO ₂ NH ₂	H	C ₄ H ₉ -EeO	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 8 7	8 8 7 8	9 8 6	1 8 5	0 0 0 0	0 0 1 1	7 3 0 0	9 9 7 3	6 3 3 0	7 5 3 0	7 3 2 0	7 5 1 3
153	SO ₂ NH ₂	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 7 5	7 5 5 6	9 8 7 3	8 9 7	0 0 0 0	1 0 1 0	5 8 3 2	6 9 2 6	5 3 2 0	7 3 0 0	8 3 5 0	0 0 0 0
154	SO ₂ NHCH ₃	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 8 7	1 1 0 0	0 6 5 3	8 6 7 3	0 0 0 0	0 0 0 0	8 6 3 3	9 8 6 5	3 1 0 0	0 0 0 0	5 6 0 0	0 0 0 0
155	SO ₂ N(CH ₃) ₂	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12 0,66	9 7 7 3	0 0 0 0	5 3 3 2	2 2 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0	6 5 3 1	0 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0	0 0 0 0
156	SO ₂ NHCH ₂ -OH C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24	6 2	1										
1-7	SO ₂ NHCH ₃	H	C ₄ H ₉ -EeO	4,48 2,24 1,12 0,66	9 9 9 9	7 7 5 3	6 8 8 7	9 8 7	0 0 0 0	3 3 0 0	9 7 7 5	9 9 8 8	7 7 3 0	3 0 2 0	3 7 6 7	2 2 0 0



406098

TABLA IX

Ej. No	Y	R ₁	R ₂	Régimen kg/ha	Esp	
					CR	VML
152	SO ₂ NH ₂	H	C ₄ H ₉ -sec	4,48	9	8
				2,24	9	8
				1,12	8	7
				0,66	7	8
153	SO ₂ NH ₂	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48	9	7
				2,24	9	5
				1,12	7	5
				0,66	5	6
154	SO ₂ NHCH ₃	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48	9	1
				2,24	9	1
				1,12	8	0
				0,66	7	0
155	SO ₂ N(CH ₃) ₂	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48	9	0
				2,24	7	0
				1,12	7	0
				0,66	3	0
156	SO ₂ NHCH ₂ -CH ₃ C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48	6	1
				2,24	2	
157	SO ₂ NHCH ₃	H	C ₄ H ₉ -sec	4,48	9	7
				2,24	9	7
				1,12	9	5
				0,66	9	3



RIX

406098



Species-Tierra de Invernadero

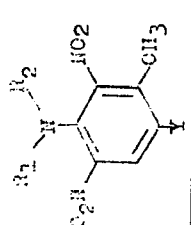
CR	VRL	PI	LA	COR	WO	BA	FOX	EG	COT	SB	SOY
9987	8873	9986	1885	000	001	720	9973	630	7520	7982	7513
9975	7556	9973	897	000	101	582	996	530	7000	8350	0000
997	1100	0653	8673	000	000	863	995	310	0000	5600	0000
9773	0000	5322	2200	000	000	000	651	0000	0000	0000	0000
62	1										
999	7753	9887	987	000	330	9775	9988	7730	2020	8767	2220

406098

406098

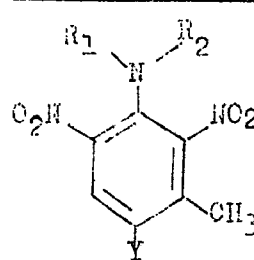
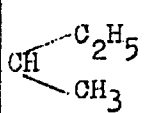
TABLE IX (continued)

No.	Chemical Structure			Isotopes											
	Y	X1	X2	5	3	52	62	82	3	1	52	3	52	3	
158	SO ₂ NHCH ₃	H	CH ₃	4,48 2,24	6 7 3 3 0	8 8 6 5 0	5 0 0 0 0	0 0 0 0 0	6 5 2 0 0	1	5 2	3 0 0 0 0	3 0 0 0 0	3 0 0 0 0	6 2 2 1 0
159	SO ₂ N(CH ₃) ₂	H	O ₄ H ₉ -sec	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	5 3 0 0 0	9 9 9 9 6	7 3 3	4,48 2,24	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33
160	SO ₂ NHC ₄ H ₉ -sec	H	O ₄ H ₉ -sec	4,48 2,24	7 3	9 9 9 9 5	9 9 9 9 5	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33
161	CN	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	7 6 5 3 0	9 9 9 9 5	9 9 9 9 5	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33
162	CN	H	CH ₂ -C ₂ H ₅ CH-CH ₃	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	7 5 3 3 0	9 9 9 9 3	9 9 9 9 3	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33



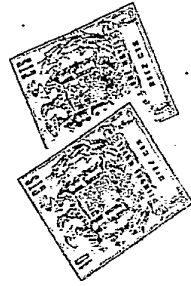
406098

TABLE IX (continuació)

							
Ex. No.	Y	R ₁	R ₂				
158	SO ₂ NHCH ₃	H	CH ₃	4,48 2,24	5		3
159	SO ₂ N(CH ₃) ₂	H	C ₄ H ₉ - <u>sec</u>	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 9 9 6	5 3 0 0 0	6 7 3 5 0
160	SO ₂ NHC ₄ H ₉ - <u>sec</u>	H	C ₄ H ₉ - <u>sec</u>	4,48 2,24	7 3		3
161	CN	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	C ₃ H ₇ - <u>n</u>	4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 9 7 5	7 6 5 3 0	8 7 6 2 0
162	CN	H		4,48 2,24 1,12 0,66 0,33	9 9 9 9 3	7 5 3 2 0	8 7 6 2 3

(continuación)

406098



5		3	2									
610000	000000	67300	55880	00000	00000	00000	00000	00000	00000	00000	00000	00000
37		3	6			1	2					
57000	00000	80000	85000	00000	00000	36700	25000	00000	00000	75000	00000	00000
30000	00000	87000	80000	00000	00000	25000	30000	00000	00000	70000	00000	00000

406098

406098



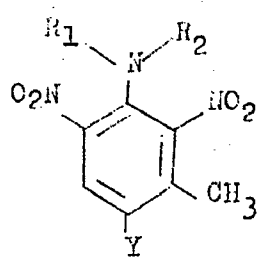
TABLE X

N ₁ No.	Chemical Structure				Régimen kgs/Ha.	Propiedades-Tierra de Invernadero											
	Y	Z	R ₁	R ₂		CR	VEL	PI	LA	ICOR	WC	IMA	FOX	MG	PROT	SB	SOY
163	CH ₃	CH ₃	H	-CH(OH) ₂ OCH ₃ CH ₃	4,48 2,24 1,12	9 9 9	7 6 3	8 8 7	9 8 8	0 0 0	5 0 0	4 3 8	0 0 7	0 0 0	0 0 0	8 8 6	5 0 0
164	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₂ CH ₂ Cl	4,48 2,24	9 9	0 0	6 3	7 3	0 0	0 0	8 7	8 7	1 0	0 0	6 3	0 0
165	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	4,48 2,24 1,12	9 8 7	0 0 0	5 3 0	7 5 3	0 0 0	0 0 0	6 6 2	7 3 0	5 3 0	0 0 0	3 0 0	0 0 0
166	CH ₃	CH ₃	H	CH (C ₂ H ₅) ₂ CH ₂ OCH ₃	4,48 2,24 1,12	9 9 9	7 7 2	8 8 8	8 5 0	5 3 0	9 9 9	9 9 9	7 3 0	0 0 0	0 0 0	8 7 6	0 0 0
167	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃ (CH ₃) ₂ CH ₂ Cl	4,48 2,24 1,12	9 9 9	2 0 0	5 3 0	8 8 7	0 0 0	0 0 0	8 7 3	9 9 9	0 0 0	0 0 0	6 0 0	0 0 0
168	CH ₃	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅) ₂ CH ₂ Cl	4,48 2,24 1,12	9 9 9	7 7 3	7 5 3	8 8 8	3 0 0	3 0 0	9 8 8	9 9 9	3 0 0	0 0 0	7 7 5	0 0 0

406098

TABLA X

Ej. No.	Y	Z	R ₁	R ₂	Régimen kgs/Ha	%		
						GR	VBL	P
163	CH ₃	CH ₃	H	-CHCH ₂ OCH ₃ CH ₃	4,48	9	7	
					2,24	9	6	
					1,12	9	3	
164	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₂ CH ₂ Cl	4,48	9	0	
					2,24	9	0	
165	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	4,48	9	0	
					2,24	8	0	
					1,12	7	0	
166	CH ₃	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅)CH ₂ OCH ₃	4,48	9	7	
					2,24	9	7	
					1,12	9	2	
167	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃ (CH ₃)CH ₂ Cl	4,48	9	2	
					2,24	9	0	
					1,12	9	0	
168	CH ₃	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅)CH ₂ Cl	4,48	9	7	
					2,24	9	7	
					1,12	9	3	



406098



X

Especies-Tierra de Invernadero												
CR	VEL	PI	LA	COR	WG	PA	FOX	MG	COT	SB	SOY	
9	7	8	9	0	5	8	9	5	0	8	5	
9	5	8	8	0	0	8	9	3	0	8	0	
9	3	7	8	0	0	8	7	0	0	6	0	
9	8	6	7	0	0	8	8	1	0	6	0	
9	0	3	3	0	0	7	7	0	0	3	0	
9	0	5	7	0	0	8	7	5	0	3	0	
7	0	3	3	0	0	2	0	3	0	0	0	
9	7	8	8	5	5	9	9	7	0	8	0	
9	7	8	8	0	3	9	9	3	0	7	0	
9	2	8	8	0	0	9	9	0	0	6	0	
9	0	3	8	0	0	7	9	0	0	0	0	
9	0	0	7	0	0	3	9	0	0	0	0	
9	7	7	8	3	3	9	9	3	0	7	0	
9	7	5	8	0	0	8	9	0	0	7	0	
9	3	3	8	0	0	8	9	0	0	5	0	



406098

TABLE 1 (continuation)

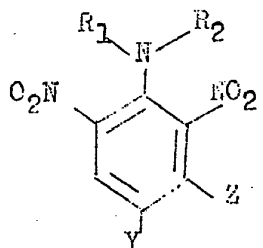
406098

No.	Chemical Structure				R ₁	R ₂	M _n	M _w	M _v	M _n ⁰	M _w ⁰	M _v ⁰	M _n ¹	M _w ¹	M _v ¹	M _n ²	M _w ²	M _v ²		
	Y	Z	X	XX																
169	CH ₃	CH ₃	H	CO ₂	H	CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	4.48	2.24	9	1	5	3	2	0	0	0	0	0	0	
170	Cl	CH ₃	H		H	CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	4.48	2.24	9	6	8	8	8	0	0	0	0	0	0	
							1.12		9	7	7	6	7	7	8	6	2	8	7	5



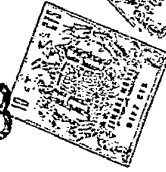
406098

TABLA 7 (continua)

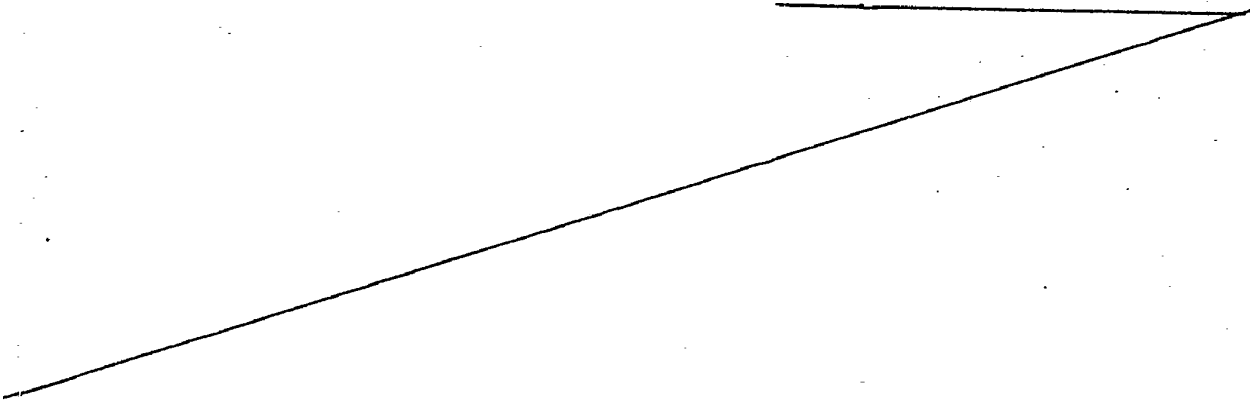
					
Et. No.	Y	Z	R ₁	R ₂	
169	CH ₃	CH ₃	H	CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	4.48 2.24
170	Cl	CH ₃	H	CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	4.48 2.24 1.12

(continuación)

406098



9	1	5	3	0	0	5	3	2	0	0	0
7	0	0	2	0	0	2	0	1	0	0	0
9	5	8	8	0	0	8	8	2	0	7	3
9	7	7	8	0	0	7	6	0	0	7	2
3	3	6	8	0	0	7	2	0	0	5	0

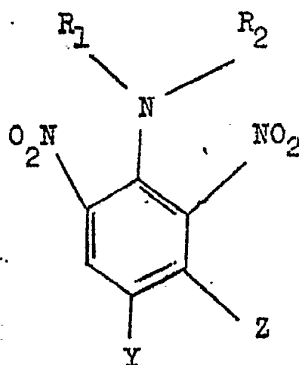




N O T A

5. 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 su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con el nº Ser. 174.938; de 25 de agosto de 1.971; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DERIVADOS DE 2,6-DINITROANILINA; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.

1.- Procedimiento para la obtención de derivados de 2,6-dinitroanilina, de fórmula general:



en donde:

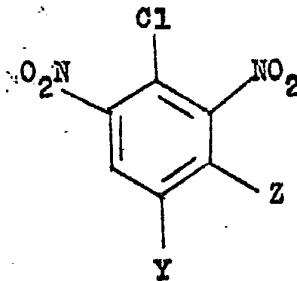
20. Y y Z son metilo, R₁ representa hidrógeno, R₂ representa alquilo de C₂-C₇ (recto, ramifi-

406098



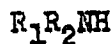
5. cado o cíclico), alqueno de C₂-C₅, alquino de C₂-C₆, alquilo de C₁-C₄ mono-sustituido en donde el sustituyente es halógeno o alcoxi de C₁-C₄; R₃ y R₄ representan cada una hidrógeno o alquilo de C₁-C₄; y cuando R₁ y R₂ se toman juntamente representan piperidino, pirrolidino o morfolino; con la condición de que cuando Y y Z son metilo y R₁ es hidrógeno o etilo, entonces R₂ no puede ser etilo, caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto de la estructura:

10.



15.

con una amina de la fórmula:



en donde, R₁, R₂, Y y Z son como se ha definido anteriormente.

20.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en un disolvente orgánico a una temperatura en la gama de 50° a 150°C.

3.- Procedimiento para la obtención de derivados de 2,6-dinitroanilina, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

25.

Esta Memoria consta de 45 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 FEB. 1975

AMERICAN CYANAMID COMPANY.-

L. GONZALEZ ACEBO Y NOGUEY

por Firmados L. Costa Fernández