

407136



Int. Cl.<sup>2</sup>: C07C, A01N

407136

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a.

### PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: ISHIHARA SANGYO KAISHA Ltd., de nacionalidad japonesa.

RESIDENCIA: 11-1 Edoborikamidori, 1-chome Nishiku OSAKA (Japón)

ENUNCIADO: "PROCESO DE PRODUCCION DE DIFENILETERES".

Fuente de origen:

Origen: Patente inglesa n.º 1.255.429 del

OL/AJ/2527.

POOR  
QUALITY



407 136

1                   La presente memoria descriptiva tiene como fin la de-  
claración del objeto sobre el que ha de recaer el privilegio de explota-  
ción industrial, exclusivo en el territorio nacional, de una Patente de  
Introducción de acuerdo con la vigente Legislación sobre Propiedad Indus-  
5                   trial, que como el enunciado indica se trata de "PROCESO DE PRODUCCION DE  
DIFENILETERES".

                  Este invento se refiere a nuevos procesos para produ-  
cir difenileteres nuevos y productos herbicidas hechos de tales difenil-  
éteres.

10                   Es sabido que diferentes compuestos de difenileteres  
entre los que se incluyen 2,4-dicloro-4'-nitrodifenileter (TOK) y 2,4,6-  
tricloro-4'-nitrodifenileter (MO) poseen propiedades herbicidas: Sin em-  
bargo, muchos otros difenileteres que tienen estructuras químicas simila-  
res con el TOK y el MO, no tienen efectos herbicidas, y de ésto se deduce  
15                   que las propiedades herbicidas no dependen de la fórmula química difenile-  
ter sóloamente. Aunque se han hecho diferentes estudios para los difenile-  
teres que tienen radicales 4'-nitrofenil, muy pocos de tales compuestos  
investigados hasta la fecha han demostrado poseer propiedades herbicidas.

                  Los difenileteres herbicidas del invento inhibirán el  
20                   crecimiento de las malas yerbas y sin embargo, no dañarían a los animales  
de sangre caliente como los hombres y los animales domésticos y tampoco  
perjudicarán a los productos agrícolas. Son particularmente apropiados pa-  
ra ser usados en tierras pantanosas o húmedas, tales como los arrozales.

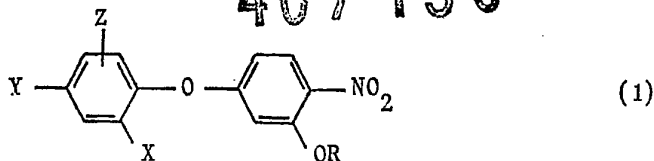
                  El invento está basado en el descubrimiento de que la  
25                   sustitución de un radical alkali saturado o no saturado en la posición-3'  
del anillo de benceno de un radical 4'-nitrofenil suministrará un compues-  
to herbicida altamente efectivo. En particular se ha descubierto que los  
difenileter nuevos de la siguiente fórmula general poseen propiedades al-  
tamente herbicidas:

30



407 136

1



5

en donde X representa un átomo de halógeno o un radical de metil en la posición -2-; Y representa un átomo de halógeno o un radical alkil que tenga hasta 3 átomos de carbono, en la posición -4-; Z representa hidrógeno o halógeno en las posiciones -5- y -6-, en donde ambas posiciones, la 5 y 6, pueden ser hidrógeno pero sólo una de ellas puede ser halógeno; y R representa un hidrocarburo saturado o no saturado que tenga hasta 3 átomos de carbono, o un radical etoxietil o metoxietil.

10

A continuación, se describirán las formas preferidas del invento. Los difenieteres de acuerdo con la fórmula (1) incluyen los siguientes compuestos:

15

- 2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter
- 2,4-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter
- 2-cloro-4-metil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter
- 2-cloro-4-metil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter

a todos los cuales se les ha encontrado notables propiedades herbicidas. Se ha averiguado que si el otro radical fenil es 3-clorofenil, 3-metil-fenil, o 3,5-dimetilfenil, tal como:

20

- 3-cloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter
- 3-cloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter
- 3-metil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter
- 3-metil-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter
- 3,5-dimetil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter
- 3,5-dimetil-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter

25

la sustitución del grupo -OR- en la posición -3- del anillo de benceno en el radical 4'-nitrofenil dará como resultado una disminución de los efectos herbicidas.

30

Aún más, se ha averiguado que la sustitución de un -OR agrupado en la posición -2'- del anillo de benceno en el radical 4'-nitro



407136

1 fenil, tal como 2,4-dicloro-2'-metoxi-4'-nitrodifenileter, o la sustitución de un grupo -NO<sub>2</sub> en la posición -3'- del anillo de benceno en el radical -4'-nitrofenil, tal como 2,4-dicloro-3',4'-dinitro-difenileter, dará como resultado compuestos que no tienen propiedades herbicidas. Además,

5 se ha averiguado que los difenileteres que tienen el radical 3'-(OR-sustituido)-4-nitrofenil teniendo otro sustituyente tal como:

- 2,4-dicloro-3',6'-dimetoxi-4'-nitrodifenileter
  - 2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitro-6'-cloro difenileter
  - 2-cloro-4-metil-3',6'-dimetoxi-4'-nitro difenileter
  - 10 2-metil-4-cloro-3',6'-dimetoxi-4'-nitro difenileter
  - 2,4-dimetil-3',6'-dimetoxi-4'-nitro difenileter
  - 2,4,5-tricloro-3',6'-dimetoxi-4'-nitrodifenileter
- también poseen un efecto herbicida muy bajo o nulo.

15 En dichos difenileteres que tienen la fórmula (1), si -Or en la posición -3'- es sustituido por halógenos o radicales alquil, alquiltio, alkilamino o fluorometil, las ventajas de las propiedades herbicidas del compuesto son menores que aquellas del compuesto que tiene la fórmula general (1).

20 De acuerdo con este invento, se ha averiguado que los nuevos difenileteres, que tienen la fórmula general (1) poseen propiedades herbicidas notablemente buenas. Los siguientes compuestos son representativos del difenileter de este invento: los compuestos 9,10,11,12,38,42,43, 49,56,65 y 66 están incluidos en esta lista como representativos de compuestos análogos que han sido usados como controles. De acuerdo con esto,

25 estos once compuestos no están dentro del alcance del presente invento.

Compuesto N°	Estructura química	Propiedades físicas
1	2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter.	(p. fusión 112-114°C)
2	2,4-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter.	(p. fusión 102-104°C)



# 407 136

1	Compuesto N°	Estructura química	Propiedad física
	3	2,4-dicloro-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 70 - 72°C)
	4	2,4-dicloro-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 82 - 83°C)
5	5	2,4-dicloro-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 71 - 74°C)
	6	2,4-dicloro-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 89 - 91°C)
10	7	2,4-dicloro-3'-metoxietoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 62 - 63°C)
	8	2,4-dicloro-3'-etoxietoxi-4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	<del>9</del> 9	2,4-dicloro-2'-metoxi-4'-nitrodifenileter	<del>9</del> Fuera del alcance del invento.
15	<del>10</del> 10	2,4-dicloro-3',4'-dinitrodifenileter	<del>10</del> Fuera del alcance del invento.
	<del>11</del> 11	2,4-dicloro-3',6'-dimetoxi-4'-nitrodifenileter	<del>11</del> Fuera del alcance del invento.
20	<del>12</del> 12	2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitro-6'-cloro-difenileter	<del>12</del> Fuera del alcance del invento.
	13	2-cloro-4-fluor -3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 110-112°C)
	14	2-cloro-4-fluor -3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 103-104°C)
25		2-cloro-4-bromo-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 115-117°C)
	16	2-cloro-4-bromo-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 85 - 87°C)
30	17	2-cloro-4-bromo-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 73'5-75°C)

407136



1	Compuesto nº	Estructura química	Propiedad física
	18	2-cloro-4-bromo-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 72'5-74'5°C)
5	19	2-fluor -4-cloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 96-97'5°C)
	20	2-fluor -4-cloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 91 - 92°C)
	21	2,4-difluor -3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 77 - 83°C)
10	22	2,4-difluor -3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 79 - 81°C)
	23	2,4-difluor -3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	24	2-fluor -4-bromo-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 99-102°C)
15	25	2-fluor -4-bromo-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 75 - 76°C)
	26	2-bromo-4-cloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 108-109°C)
20	27	2-bromo-4-cloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 96 - 97°C)
	28	2-bromo-4-cloro-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 69'5-71°C)
	29	2-bromo-4-cloro-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 69 - 71°C)
25	30	2-bromo-4-fluor -3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 109-111°C)
	31	2-bromo-4-fluor -3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 105-108°C)
30	32	2,4-dibromo-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 104-106°C)



407136

1	Compuesto N°	Estructura química	Propiedad física
	33	2,4-dibromo-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 107-108°C)
	34	2,4-dibromo-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 77'5-79°C)
5	35	2,4-dibromo-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 62-63'5°C)
	36	2,4,6-tricloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 138-140°C)
10	37	2,4,6-tricloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(Sólido)
	<del>38</del>	2,4,6-tricloro-2',4'-dinitrodifenileter	<del>Fuera del alcance del invento.</del>
	39	2,4,5-tricloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 118-123°C)
15	40	2,4,5-tricloro-3'-metoxietoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 87-89'5°C)
	41	2,4,5-tricloro-3'-etoxietoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 118-123°C)
20	<del>42</del>	2,4,5-tricloro-4'-nitrodifenileter	<del>Fuera del alcance del invento.</del>
	<del>43</del>	2,4,5-tricloro-3',6'-dimetoxi-4'-nitrodifenileter	<del>Fuera del alcance del invento.</del>
	44	2-metil-4-cloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 95 - 96°C)
25	45	2-metil-4-cloro-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	46	2-metil-4-cloro-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 74 - 75°C)
30	47	2-metil-4-cloro-3'-metoxietoxi-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 67 - 68°C)



407 136

1	Compuesto N°	Estructura química	Propiedad física
	48	2-metil-4-cloro-3'-etoxietoxi 4'-nitrodifenileter	(p. ebullición 210-220°C por emmHg).
	<sup>XXX</sup> 49	2-metil-4-cloro-3',6'-dimetoxi 4'-nitrodifenileter	<sup>XXX</sup> Fuera del alcance del invento.
5	50	2-cloro-4-metil-3'-metoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 98'5-99'8°C)
	51	2-cloro-4-metil-3'-etoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 94 - 96°C)
10	52	2-cloro-4-metil-3'-n-propoxi- 4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	53	2-cloro-4-metil-3'-(2-propeni- loxi)-4'-nitrodifenileter	(p. fusión 57 - 59°C)
	54	2-cloro-4-metil-3'-metoxietoxi- 4'-nitrodifenileter	(p. fusión 57 - 58°C)
15	55	2-cloro-4-metil-3'- etoxietoxi- 4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	<sup>XXX</sup> 56	2-cloro-4-metil-3',6'-dimetoxi- 4'-nitrodifenileter	<sup>XXX</sup> Fuera del alcance del invento.
20	57	2-fluor-4-metil-3'-metoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 105-108°C)
	58	2-fluor-4-metil-3'-etoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 78 - 79°C)
	59	2-bromo-4-metil-3'-metoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 94-102°C)
25	60	2-bromo-4-metil-3'-etoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 87-88'5°C)
	61	2-cloro-4-etil-3'-metoxi-4'- nitrodifenileter	(Líquido)
30	62	2-cloro-4-etil-3'-etoxi-4'- nitrodifenileter	(p. fusión 83 - 85°C)



407136

1	Compuesto N°	Estructura química	Propiedad física
	63	2-cloro-4-iso-propil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	64	2,4-dimetil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 64 - 65°C)
5	<del>65</del>	2,4-dimetil-4'-nitrodifenileter	<del>Fuera del alcance del invento.</del>
	<del>66</del>	2,4-dimetil-3',6'-dimetoxi-4'-nitrodifenileter	<del>Fuera del alcance del invento.</del>
10	67	2-metil-4,6-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 121-122°C)
	68	2-metil-4,6-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 95 -96°C)
	69	2-metil-4,6-dicloro-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 96'5-98°C)
15	70	2-fluor-4,6-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 69 -71°C)
	71	2,6-dicloro-4-metil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 54 - 57°C)
20	72	2-metil-4,6-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 74 - 75°C)
	73	2-metil-4,6-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter	(P. ebullición 215-220°C por 3 mmHg)
	74	2-cloro-4-etil-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter	(Líquido)
25	75	2-cloro-4-etil-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter	(Líquido)
	76	2-cloro-4-iso-propil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 57 - 61°C)
30	77	2,6-dicloro-4-metil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter	(P. fusión 143-145°C)



407136

1

EXPERIMENTO 1

Se realizaron pruebas para el control de crecimiento de "hierba de patio de granja" por medio del siguiente método:

5

Recipientes de 1/100 m<sup>2</sup> fueron llenados con tierra de cultivo y fueron sobresaturados con agua. Una cantidad específica de semilla de "hierba de patio de granja" secada a base de aire (*Echinochla crusgalli* BEAUV) fué esparcida (o sembrada) en los recipientes y cubierta con tierra. Cuando la "hierba de patio de granja" apareció sobre el suelo fué vertida agua dentro de cada recipiente hasta alcanzar un nivel de 3

10

cm., y entonces fué vertida dentro de cada recipiente una dispersión acuosa de un ingrediente activo de este invento. Catorce días después de dicho tratamiento, cada hierba superviviente fué recogida, secada con aire y pesada. Los resultados son mostrados en porcentaje por peso de hierba superviviente de la semilla tratada en relación con la no tratada y está indicado como "GRADO DE CRECIMIENTO".

15

TABLA I

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

Compuesto N°	Grado de Crecimiento (%)			
	0'4	0'2	0'1	0'05
20 1	0	0	0	0
2 2	0	0	0	0
3 3	0	0	0	0
4 4	0	0	0	0
5 5	0	0	0	0
25 6	0	0	0	0
7 7	0	0	0	0
8 8	0	0	0	0
9 9	100	100	100	100
10 10	100	100	100	100
16 11	100	100	100	100

407136



1

TABLA I (Continuación)

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

0'4	0'2	0'1	0'05
-----	-----	-----	------

Compuesto N°

Grado de Crecimiento (%)

5	12	100	100	100	100
	13	0	0	0	0
	14	0	0	0	0
	15	0	0	0	0
	16	0	0	0	0
10	17	0	0	0	0
	18	0	0	0	0
	19	0	0	0	0
	20	0	0	0	0
	21	0	0	0	22
15	22	0	0	0	4
	23	0	0	0	9
	24	0	0	0	0
	25	0	0	0	0
	26	0	0	0	0
20	27	0	0	0	0
	28	0	0	0	0
	29	0	0	0	0
	30	0	0	0	0
	31	0	0	0	0
25	32	0	0	0	0
	33	0	0	0	0
	34	0	0	0	0
	35	0	0	0	0
	36	0	0	0	0
30	37	0	0	0	0

407136



1

TABLA I (Continuación)

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

0'4      0'2      0'1      0'05

Compuesto N<sup>o</sup>

Grado de Crecimiento (%)

5

<del>38</del> 38	100	100	100	100
39	0	0	0	1
40	0	0	0	18
41	0	0	0	15

10

<del>42</del> 42	100	100	100	100
<del>43</del> 43	100	100	100	100
44	0	0	0	0
45	0	0	0	0
46	0	0	0	3
47	0	0	0	14

15

48	0	0	0	6
<del>49</del> 49	100	100	100	100
50	0	0	0	0
51	0	0	0	0
52	0	0	0	0

20

53	0	0	0	0
54	0	0	0	0
55	0	0	0	0
<del>56</del> 56	100	100	100	100
57	0	0	0	0

25

58	0	0	0	0
59	0	0	0	0
60	0	0	0	0
61	0	0	0	0
62	0	0	0	0

30

63	0	0	0	0
----	---	---	---	---



407 136

1

TABLA I (Continuación)

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

0'4      0'2      0'1      0'05

Compuesto N°

Grado de Crecimiento (%)

5	64	0	0	0	2
	<del>65</del>	100	100	100	100
	<del>66</del>	100	100	100	100
	67	0	0	0	0
	68	0	0	0	0
10	69	0	0	0	0
	70	0	0	0	0
	71	0	0	0	0
	72	0	0	0	11
	73	0	0	0	0
15	<del>MO</del>	0	0	0	25

~~MO~~ representa el compuesto que está fuera del alcance del invento

EXPERIMENTO 2

20 Se efectuaron pruebas para el crecimiento selectivo controlando el efecto entre el arroz y la "hierba de patio de granja" por el siguiente método. Recipientes de 1/100 m<sup>2</sup> fueron llenados con tierra de cultivo, y fueron sobresaturados con agua.

25 Unas cantidades específicas de semilla de arroz germinada y semilla de "hierba de patio de granja" secada con aire fueron sembradas (o esparcidas) en cada recipiente y cubiertas con tierra de cultivo. La semilla de arroz germinada usada en esta prueba fué preparada empapando semilla de arroz, seca, en agua para germinación, y después seleccionando aquellas semillas de la misma condición germinada.

30 Cuando la "hierba de patio de granja" creció a hojas de 1'5, se vertió agua en cada recipiente hasta alcanzar un nivel de 4 cm.,

407136

- 14 -



1 y a continuación se vertió en cada recipiente una dispersión acuosa de uno de los ingredientes activos de este invento. Dieciocho días después del tratamiento, la planta de arroz superviviente y la "hierba de patio de granja" fueron recogidas, pesadas y secadas al aire.

5

TABLA II

Compuesto N <sup>o</sup>	PLANTA DE PRUEBA	Cantidad de ingrediente activo (g/m <sup>2</sup> )		
		0'4	0'2	0'1
		Grado de Crecimiento (%)		
1	Arroz	100	104	107
10	Hierba de patio de granja	0	0	9
2	Arroz	63	79	77
	Hierba de patio de granja	0	0	0
5	Arroz	69	65	71
15	Hierba de patio de granja	0	0	10
7	Arroz	89	89	94
	Hierba de patio de granja	0	7	14
13	Arroz	66	81	100
20	Hierba de patio de granja	1	10	11
15	Arroz	77	—	70
	Hierba de patio de granja	0	0	0
19	Arroz	100	88	95
	Hierba de patio de granja	0	0	0
25	Arroz	69	75	75
24	Hierba de patio de granja	3	3	7
26	Arroz	82	71	73
30	Hierba de patio de granja	0	0	0



407136

1

TABLA II (Continuación)

Compuesto N°	PLANTA DE PRUEBA	Cantidad de ingrediente activo (g/m <sup>2</sup> )			
		0'4	0'2	0'1	
		Grado de Crecimiento (%)			
5	37	Arroz	63	75	86
		Hierba de patio de granja	0	0	0
	50	Arroz	93	88	—
		Hierba de patio de granja	0	7	—
10	51	Arroz	—	68	68
		Hierba de patio de granja	—	0	0
	52	Arroz	71	64	75
		Hierba de patio de granja	0	0	0
15	53	Arroz	71	78	86
		Hierba de patio de granja	0	0	7
	61	Arroz	113	111	101
		Hierba de patio de granja	4	6	7
20	74	Arroz	89	91	93
		Hierba de patio de granja	6	7	9
	63	Arroz	77	85	—
		Hierba de patio de granja	0	6	—
25	73	Arroz	67	80	75
		Hierba de patio de granja	0	11	10
	<sup>20</sup> TOK	Arroz	29	41	63
		Hierbas de patio de granja	0	0	0
30	<sup>20</sup> HO	Arroz	73	70	89
		Hierbas de patio de granja	2	4	22

<sup>20</sup> representa las referencias.



407 136

1

EXPERIMENTO 3

5

10

15

Fueron realizadas pruebas para efecto herbicida en la cizaña de un campo de arroz fueron, tal como sigue: Varios recipientes de  $1/30 \text{ m}^2$  fueron llenados con tierra de cultivo y fueron sobresaturados con agua. Semillas de "hierba fina" o "junco de aguja" (*Eleocharis acicularis* ROEM et SCHULT) y semillas de cizaña de hojas anchas de "coliflor de agua de tallo largo" (*Elatine triandra* SCHF), *Monochoria* (*Monochoria vaginalis* PRESL), Pimpinela blanca falsa (*Lindernia procumbens* PHILCOX), Copa de diente (*Rotalia indica* KOEHNE) fueron colocadas dentro de sus respectivos recipientes en un espesor de alrededor de 5 mm. Fué vertida agua dentro de cada recipiente hasta alcanzar un nivel de 3 cm. Después de que las hierbas (o cizañas) emergieran, se esparció sobre tales hierbas una dispersión acuosa de cada ingrediente activo de este invento. Catorce días después de dicho tratamiento fueron observadas cada hierba superviviente de tal "hierba fina" o "junco de aguja", y hierba (cizaña) de hoja ancha. Los resultados son mostrados en la Tabla III.

En la Tabla III, el grado de control de crecimiento es puesto bajo las siguientes normas:

20

25

30

- 5: es encontrado 100% de supresión de crecimiento.
  - 4: es encontrado alrededor del 90% de supresión de crecimiento
  - 3: es encontrado alrededor del 70% de supresión de crecimiento
  - 2: es encontrado alrededor del 50% de supresión de crecimiento
  - 1: es encontrado alrededor del 30% de supresión de crecimiento
- (en comparación con las no tratadas).



# 407136

1

TABLA III

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

0'1

0'05

0'025

PLANTAS DE PRUEBA

5

Compuesto N°

O

P

O

P

O

P

Control de Grado de Crecimiento

10

15

20

25

30

1	5	5	5	5	5	5
2	5	5	5	5	4	5
5	5	5	5	5	5	5
6	5	5	4	4	4	4
15	5	5	5	5	4	5
16	5	5	4	5	4	5
19	5	5	5	5	5	5
20	5	5	4	5	4	5
26	5	5	5	5	5	5
27	5	5	5	5	4	5
28	5	5	5	4	4	3
29	5	5	4	5	4	5
30	5	5	4	4	4	4
31	4	5	4	4	4	4
32	5	5	5	5	4	5
33	4	5	4	5	4	5
37	4	5	4	5	3	4
50	5	5	5	5	5	5
51	5	5	4	5	4	5
52	5	5	4	5	4	4
53	5	5	5	5	5	5
55	4	5	4	5	4	5
58	5	5	4	5	3	4
60	5	5	5	5	4	4

O - "Hierba fina" o "Junco de aguja"

P - "Cizafia de hojas anchas"



407136

1

TABLA III (Continuación)

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

0'1                      0'05                      0'025

PLANTAS DE PRUEBA

5

Compuesto N°

0      P              0      P              0      P

Control de Grado de Crecimiento

10

69	5	5	4	4	4	4
70	5	5	5	5	5	5
76	4	5	4	5	4	4
<del>MO</del> MO	4	5	3	5	2	4

~~MO~~ representa las referencias

0 - "Hierba fina" o "junco de aguja"

P - "Cizaña de hojas anchas"

15

EXPERIMENTO 4

Se efectuaron pruebas para efecto herbicida en las cizañas de tierras altas en el invernadero, tal como sigue: Cada recipiente de 1/30 m<sup>2</sup> fué llenado con tierra de cultivo que contenía semilla de cizaña de tierras altas, tales como "cola de zorro de agua" (*Alopecurus aequalis* SOBOL, variedad amurensis OHWZ) "Hierba silvestre grande" (*Digitaria abscondens* HENR) "Crucifera amarga ondulada" (*Cardamine flexuosa* WITH) y mantenidas en la condición de tierras altas.

20

Las semillas de arroz, rábano y guisante fueron sembradas en los recipientes y fueron cubiertas con tierra de cultivo hasta alcanzar un nivel de alrededor de 1 cm. Tres días después de la siembra fué esparcida dentro de la tierra de cultivo, una cantidad específica de una dispersión acuosa de cada ingrediente. Después de catorce días de dicho esparcimiento fué observada la condición de crecimiento del arroz, rábano, guisantes y cizaña.

25

30



407136

1

TABLA IV

Control de Grado de Crecimiento

Arroz	Rábano	Guisantes	Cizaña en general de tierras altas.
-------	--------	-----------	-------------------------------------

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

5

Compuesto Nº	0'4	0'2	0'4	0'2	0'4	0'2	0'4	0'2
1	1-2	1	1	1	1	1	5	5
2	1-2	1-2	1	1	1	1	5	4
7	2	2	1-2	1	1	1	4	4
8	1	1	1	1	1	1	3	3
10	13	1	1	1	1	1	5-4	5-4
14	1	1	1	1	1	1	4	3
19	1	1	1	1	1	1	3	3
21	1	1	1	1	1	1	4	3
23	1	1	1	1	1	1	5	3
15	25	1	1	1	1	1	4-3	3
28	1	1	1	1	1	1	3	3
29	1	1	1	1	1	1	4	4
30	1	1	1	1	1	1	5-4	5-4
34	1	1	1	1	1	1	3	3
20	35	1	1	1	1	1	4	3
37	1-2	1	1	1	1	1	4-3	4-3
51	1-2	1	1-2	1	1	1	4	3
52	1-2	1	1	1	1	-	4	4
54	1	1	1	1	1	1	3	3
25	55	1	1	1	1	1	4	4
57	1	1	1	1	1	1	3	3
59	1	1	1	1	1	1	3	3
60	1	1	1	1	1	1	4	4
61	1	1	1	1	1	1	5	4
62	1	1	1	1	1	1	4	4



407136

1

TABLA IV (Continuación)

Control de Grado de Crecimiento

Arroz	Rábano	Guisantes	Cizaña en general de tierras altas.	
-------	--------	-----------	-------------------------------------	--

Cantidad de ingrediente activo (g/m<sup>2</sup>)

5

Compuesto N°	0'4	0'2	0'4	0'2	0'4	0'2	0'4	0'2
74	1	1	1	1	1	1	5-4	5-4
75	1	1	1	1	1	1	4	4
76	1	1	1	1	1	1	4	4
77	1	1	1	1	1	1	4	3
10 63	1	1	1	1	1	1	5	5
69	1	1	1	1	1	1	3	3
73	1	1	1	1	1	1	4	3

10

EXPERIMENTO 5

15

Se efectuaron pruebas de efecto herbicida con la cizaña de tierras altas en la condición de campo, tal como sigue:

20

En cada siembra de alrededor de 60 cm. de ancho en el campo en el que crece la "Hierba silvestre grande", de "Hierba de alambre" (Eleusine indica GAERTN), y cizañas de hojas anchas de "Pulgar de dama" (Polygonum Persicaria L) Verdolaga común (Portulaca oleracea L) fueron colocadas semillas de cacahuets a intervalos de 20 cm. y divididas cada 12 m<sup>2</sup> (alrededor de 100 semillas en un bloque). Después de sembrar las semillas de cacahuete, fué esparcida en la tierra de cultivo una concentración específica de una dispersión acuosa de cada ingrediente. Treinta días después, fué observado el grado de daño químico en el cacahuete y fueron recogidas las cizañas que sobrevivieron y pesadas después de secarlas a base de aire (Ver tabla V).

25

30



1

TABLA V

Compuesto N <sup>o</sup>	Grado de Crecimiento %						Grado de daño químico
	Hierba silvestre grande		Hierba de alam- bre.		Cizaña de hojas anchas.		
	Cantidad de ingrediente activo (g/m <sup>2</sup> )						
	0'4	0'2	0'4	0'2	0'4	0'2	
1	9'3	13'9	6'6	7'4	2'0	2'7	Ninguno
2	3'5	8'1	1'9	12'0	2'0	2'7	Ninguno
TOK	29'0		31'5		6'7		Ninguno

10

## EXPERIMENTO 6

Se midieron pruebas comparativas del efecto residual en el arroz, como sigue:

15

Recipientes de 1/50 m<sup>2</sup> fueron llenados con tierra de cultivo y fué vertida agua hasta alcanzar un nivel de 3 cm<sup>3</sup>. Fué esparcida en la tierra de cultivo, una concentración específica de dispersión acuosa de cada ingrediente. Después de un número determinado de días después del tratamiento fué sembrada una cantidad determinada de semillas germinadas "Hierba de patio de granja" y puesta en una profundidad de alrededor de 5 cm. Catorce días después del tratamiento, la hierba superviviente fué recogida, secada a base de aire y pesada. El grado de crecimiento fué calculado como en el experimento 1. Los resultados son mostrados en la Tabla VI, en donde los "días" representan los días después del esparcimiento. Las semillas de "hierba de patio de granja" fueron preparadas empapando (o sumergiendo) las semillas secadas.

25

TABLA VI

30

Compuesto N <sup>o</sup>	Cantidad de ingre- diente activo (g/m <sup>2</sup> )	Grado de Crecimiento %				
		3 días	8 días	15 días	22 días	29 días
	0'6	0	0	0	0	12
1	0'4	0	0	0	0	16
	0'2	0	0	0	23	46

407136



1

TABLA VI (Continuación)

Compuesto N°	Cantidad de ingre- diente activo(g/m <sup>2</sup> )	Grado de Crecimiento %				
		3 días	8 días	15 días	22 días	29 días
	0'6	0	0	0	0	27
5	51	0'4	0	0	6	24
		0'2	0	0	50	57
		0'6	0	0	52	82
	TOK	0'4	0	11	52	71
10		0'2	0	52	92	100
		0'6	0	16	57	100
	MO	0'4	0	38	90	100
		0'2	0	46	100	100

15

EXPERIMENTO 7

Fueron medidas pruebas comparativas del efecto residual en condición de tierras altas, tal como sigue:

Recipientes de 1/100 m<sup>2</sup> fueron llenados con tierra de cultivo y fué esparcida una concentración específica de dispersión acuosa de cada ingrediente en una proporción de 0'4 g/m<sup>2</sup>, y agua para sobresaturación. Después de un determinado número de días, fué hechada agua hasta alcanzar un nivel de alrededor de 5 mm. Catorce días después de la siembra, las cizañas supervivientes fueron recogidas, secadas con aire y pesadas. Los resultados son mostrados en la Tabla VII en donde el grado de crecimiento es calculado como en el experimento 1. Los "días" representan días después del esparcimiento en la tierra de cultivo sembrada. Las semillas de "hierba de patio de granja" germinadas son las mismas que las del experimento 6

20

25

30

407136



1

TABLA VII

Grado de Crecimiento %

Compuesto N°	5 días	10 días	15 días	25 días	35 días
1	0	0	0	0	10'3
2	0	0	0	0	2'1
TOK	0	18	18	29	39
MO	9'1	20	24	46	69

5

10

Como resultado de dichos experimentos, los nuevos compuestos de este invento tienen unas propiedades herbicidas excelentes y pueden ser usados en una amplia variedad de medios ambientes, tales como arrozales, tierras altas, huertos (o invernaderos), céspedes, campos algo doneros, taludes de carga, riveras, ferrocarriles, campos de juego, orillas de lagos, arroyos suministradores de agua, etc.

15

Los herbicidas de este invento tienen las siguientes diferentes ventajas características si se comparan con el TOK, MO, etc., convencionales.

20

1) Tienen propiedades herbicidas notoriamente buenas en contra de la cizaña en los arrozales, tales como "Hierba de patio de granja". Pueden suprimir tales malas hierbas con pequeñas cantidades de ingredientes (experimento 1).

25

2) La actividad de los ingredientes es muy alta, inclusive cuando éstos están diluidos, de manera que pueden ser aplicados en baja concentración (experimento 1).

30

3) Tienen propiedades de control de crecimiento selectiva altamente notable para destruir la "Hierba de patio de granja" (pertenecen al mismo género) sin dañar el arroz (experimento 2).

4) Tienen notables propiedades de supresión de crecimiento en contra de "Hierba fina" o "Junco de aguja", y cizaña de hoja ancha tales como la "Coliflor de tallo largo", "Monochoria", "Pimpinela blanca

407136



1 falsa" y "Copa de diente", los cuales crecen en tierra húmeda o semi-húme-  
da (experimento 3).

5) Tienen un efecto supresor de crecimiento en contra de  
"Cola de zorro de agua", "Hierba silvestre grande", "Crutifera amarga ondu-  
5 lada", "Pulgar de dama" y "Verdolaga común", pero sin embargo, no suprimi-  
ran el crecimiento del arroz, rábano, guisante o cacahuete (experimentos  
4 y 5).

6) Poseen una durabilidad altamente notable del efecto su-  
presor de crecimiento, es decir, que tienen gran efecto residual en contra  
10 de la mala hierba en tierra húmeda (o mojada) así como en tierra seca (ex-  
perimentos 6 y 7).

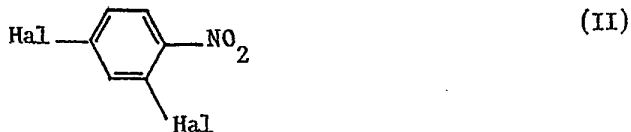
La cantidad de herbicida de este invento depende del clima  
el suelo, de la preparación del agente, la estación, método de aplicación  
y las malas hierbas (o cizaña) en cuestión. Generalmente, de 0'025-1 g/m<sup>2</sup>  
15 es una cantidad efectiva, y preferiblemente de 0'05-0'6 g/m<sup>2</sup>.

Los compuestos herbicidas de este invento pueden ser apli-  
cados en forma de dispersión acuosa, en polvo, gránulos, polvo humectable,  
en una solución de agentes auxiliares, tales como disolventes emulsifica-  
dores, rociadores, etc. El compuesto herbicida de este invento puede ser  
20 usado juntamente con otros compuestos herbicidas, insecticidas, fungicidas,  
fertilizantes o abonos. Algunas veces se obtienen resultados más efecti-  
vos cuando son aplicados en combinación con tales materiales. El nuevo di-  
fenileter de este invento puede ser sintetizado reaccionando una sal de me-  
tal alkali de fenol sustituido con 2-(OR-sustituido)-4-halomitrobenceno.  
25 Sin embargo, es difícil obtener altos rendimientos del compuesto de nues-  
tro invento por dichos procedimientos convencionales, porque se produce  
una cantidad relativamente grande de un subproducto isómero.

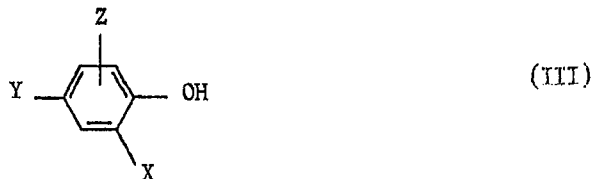
Se ha descubierto, y es otra característica del invento,  
que los difenileter pueden ser sintetizados con alto rendimiento y econó-  
micamente, reaccionando 2,4-dihalo-nitrobenceno que tiene la fórmula gene-  
30



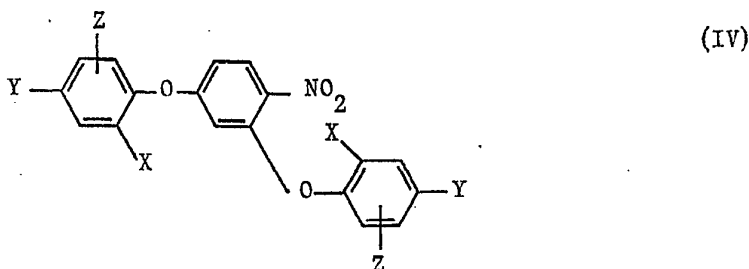
1 ral:



5 (en donde Hal es átomo de Halogeno) y un fenol sustituido que tiene la fórmula general:



10 para producir un 2,4-bis-(fenoxi sustituido)-nitrobenzeno que tiene la fórmula general:



15

Este producto es entonces reaccionado con un alcohol correspondiente (ROH) (R corresponde a la R definida en la fórmula (I) para producir el compuesto nuevo que tiene la fórmula general (I) y es aislado el fenol sustituido que tiene la fórmula general (III) y el producto anterior. Es fácilmente obtenible un alto rendimiento del nuevo difenileter, usando este método. El bis-(fenoxi sustituido)-nitrobenzeno (IV) es obtenido preferiblemente por la reacción de 1 mol de (II) y más de 2 moles de (III). Son obtenidos buenos resultados cuando la reacción sucede en fase líquida y en una condición básica, al calentarse. No siempre se requiere usar un disolvente, pero es posible acortar el tiempo de reacción y obtener una reacción más uniforme usando un disolvente apropiado.

25

El disolvente debe ser inactivo a los materiales crudos y al material alcali; disolventes adecuados incluyen dioxano, isoforone, dimetilsulfoxido, dimetilacetoamida y dimetilformamida.

30



407136

1                   Con el fin de hacer la reacción media básica puede añadirse un hidróxido o carbonato de metal alcali, tal como hidróxido sódico, hidróxido de potasio o carbonato de sodio. Si se desea, puede usarse una solución de la sal alcali del fenol sustituido (III) para hacer la reacción básica.

5                   La temperatura de reacción para producir (IV) debe ser superior a 130°C, y preferiblemente entre 140-160°C. Si la temperatura de reacción es demasiado baja, la velocidad de reacción es demasiado lenta. Por otra parte, si la temperatura de reacción es demasiado alta, el producto resultante puede ser calentado y pueden ocurrir reacciones secundarias, no deseables.

10                   La primera reacción es generalmente completada en más o menos 3 a 6 horas y suministra bis-(fenoxi sustituido)-nitrobenceno de (IV) con alto rendimiento. Este producto puede ser usado en la segunda reacción sin purificación o concentración pero también es posible usar un bis-(fenoxi sustituido)-nitrobenceno purificado.

15                   La segunda reacción para producir 3'-(OR-sustituido)-4'-nitrodifenileter de (IV) y ROH, es también llevado a cabo en una condición básica al calentar. No es necesario agregar un disolvente, excepto ROH, sin embargo, si se desea puede agregarse otro disolvente orgánico.

20                   Un alcali usado en la segunda reacción puede ser el mismo que el usado en la primera reacción, o puede usarse para este propósito un alcoholato producido reaccionando ROH y un alcali. La temperatura de la segunda reacción dependerá de los materiales en crudo particulares y el disolvente particular y es generalmente de 70-100°C. La segunda reacción es generalmente completada en 2-4 horas.

25                   El producto resultante es enfriado y puesto dentro de agua para separar el producto sólido y luego es purificado para obtener un alto rendimiento de 3'-(OR-sustituido)-4'-nitrodifenileter. El fenol sustituido (III) que contiene dicha solución resultante puede ser recuperado y usado



407136

1 para la primera reacción.

Lo siguiente es ilustrativo del proceso para producir los nuevos difenileteres de este invento.

EJEMPLO I

5 810 gramos (5 moles) de 2,4-diclorofenol fueron colocados dentro de un frasco de cuatro cuellos, de 2 litros, equipado con removedor embudo y condensador de reflujo. El frasco fué calentado a 120-125°C en un baño de aceite. Se agregó 322 gramos (4'8 moles) de hidróxido de potasio, y el agua resultante fué destilada al vacío. Luego el frasco fué calentado  
10 a 140°C y 384 gramos (2 moles) de 2,4-dicloronitrobenceno fueron agregados gota a gota a la mezcla en un período de treinta minutos. La mezcla de reacción fué luego calentada a 140-150°C y mantenida a esta temperatura du  
15 rante 4 horas. Después de que el acabado de la reacción fué confirmado por cromatografía gaseosa, el baño de aceite fué retirado y la temperatura fué relajada a 90-95°C. Mil ml. de dioxano fueron agregados al frasco y revuel  
20 tos, después de lo cual fué también agregada una mezcla de 200 ml. de alcohol metílico y 150 gramos de hidróxido de potasio (2'3 moles). La temperatura fué mantenida a 55°C ± 5°C durante dos horas. Después de que el aca  
25 bado de la reacción fué confirmado por medio de cromatografía gaseosa, el contenido del frasco fué enfriado a 30°C y fué colocado dentro de 6 litros de agua sometidos a una agitación severa para separar un sólido amarillento. El sólido fué filtrado y lavado en 6 litros de agua, y refiltrado y la  
30 vado con un litro de alcohol etílico. El sólido filtrado fué secado para obtener 627 gramos de 2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter sólido, (punto de fusión 112-114°C). El rendimiento del producto fué del 99%. En dicho proceso, 460 gramos de 2,4-diclorafenol fueron recuperados añadiendo hidrocioruro a la solución filtrada. (La resuperación fué del 95%) Siete partes de 2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter, 88 partes de bentonita y 5 partes de sulfonato lignino de sodio fueron mezcladas y granuladas con una pequeña cantidad de agua para obtener una preparación herbicida.



407136

1 Se esparcieron 2<sup>15</sup> g/m<sup>2</sup> de la preparación herbicida, sobre un campo de arroz y se observó que todas las malas hierbas fueron suprimidas.

EJEMPLO II

5 384 gramos de 2,4-dicloronitrobenceno, 810 gramos de 2,4-diclorofenol y 322 gramos de hidróxido de potasio 85% fueron reaccionados por el método de acuerdo con el ejemplo I, y 200 ml. de alcohol etílico, 150 gramos de hidróxido de potasio y 100 ml. de dioxano fueron agregados y reaccionados para obtener 635 gramos de 2,4-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter (punto de fusión 101-104°C). El rendimiento de este producto fué  
10 del 97%. Quince partes de 2,4-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodivenileter, 15 partes de estearato de polioxi-etileno, 35 partes de isoforona y 35 partes de dioxano fueron uniformemente mezclados y disueltos para formar una preparación herbicida sobre un campo seco, se observó que todas las malas hierbas fueron suprimidas.

15

EJEMPLO III

4<sup>18</sup> gramos de 2,4-difluornitrobenceno, 15<sup>10</sup> gramos de 2,4,6-triclorofenol, 4<sup>17</sup> gramos de hidróxido de potasio 85% y 30 ml. de dimetilsulfoxido como disolvente fueron disueltos por el método del ejemplo I. Cuarenta y cinco ml. de dioxano, 8<sup>10</sup> ml. de alcohol metílico y 3<sup>10</sup> gramos  
20 de hidróxido de potasio fueron agregados y reaccionados para obtener 9<sup>10</sup> gramos de 2,4,6-tricloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter (punto de fusión 138-140°C). El rendimiento del producto fué del 85%.

20

EJEMPLO IV

Setenta y siete gramos de 2,4-tricloronitrobenceno, 162  
25 gramos de 2,4-diclorofenol y 65 gramos de hidróxido de potasio 85% fueron reaccionados por el método del ejemplo I, con la excepción de que fué usado un frasco de cuatro cuellos de un litro. Cincuenta gramos de metil "cellosalve", 35 gramos de hidróxido de potasio y 200 gramos de dioxano fueron agregados al frasco y reaccionados para obtener 130 gramos de 2,4-dicloro-3'-metoxietoxi-4'-nitrodifenileter (punto de fusión 62-63°C). El ren-  
30

30



407136

1 dimiento del producto fué del 91%.

EJEMPLO V

Setenta y siete gramos de 2,4-dicloronitrobenceno, 143 gr. de 2-cloro-4-metilfenol y 65 gramos de hidróxido de potasio fueron reaccionados por el método del ejemplo I, excepto que se usó un frasco de cuatro  
5 cuellos de un litro; alcohol 2-propenílico, 35 gramos de hidróxido de potasio y 200 ml. de benceno fueron agregados al frasco y reaccionados para obtener 125 gramos de 2-cloro-4-metil-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenileter  
(punto de fusión 57-58°C). El rendimiento del producto fué del 92%.

10 EJEMPLO VI

Guarenta partes de 2-cloro-4-metil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter, 55 partes de caolín y 5 partes de sulfonato alkilbenceno de sodio fueron mezcladas y reducidas a polvo para formar una preparacion herbicida  
15 0'75 g/m<sup>2</sup> fueron rociados en las tierras vírgenes y se observó que todas las malas hierbas fueron suprimidas.

Descrita suficientemente la naturaleza del presente invento así como su realización industrial, sólo cabe añadir que en su conjunto y partes constitutivas es posible introducir cambios de forma, materia y  
20 disposición, sin salirse del cuadro del invento, en cuanto tales alteraciones no supongan variación sustancial del mismo.

La Patente de Introducción que se solicita por diez años para España, de acuerdo con la vigente Legislación no se ha dado a conocer en España, siendo su fuente de origen: la patente inglesa nº 1.255.429.

N O T A

25 La Patente de Introducción que se solicita por diez años para España, de acuerdo con la vigente Legislación sobre Propiedad Industrial, deberá recaer sobre "PROCESO DE PRODUCCION DE DIFENILETERES" en todo de acuerdo con las siguientes

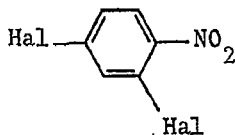
R E I V I N D I C A C I O N E S

30 1a) Proceso de producción de difenileteres, caracterizado

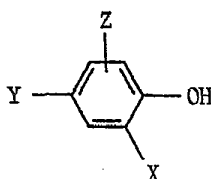
*pe*



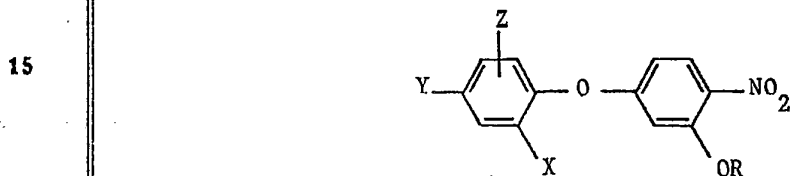
1 porque comprende una primera reacción de 2,4-dihalobenceno que tiene la fórmula general:



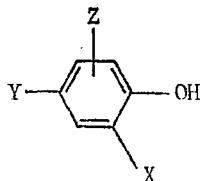
5 donde Hal es un átomo de halógeno con un fenol sustituido que tiene la fórmula general:



10 para producir un 2,4-bis-(fenoxi sustituido)-nitrobencono, y una segunda reacción de éste con un alcohol de fórmula ROH para producir un difenileter que tiene la fórmula general:



15 donde X representa un átomo de halógeno o un radical metil en la posición -2-, Y representa un átomo de halógeno o un radical alquil que tenga como máximo tres átomos de carbono, en la posición -4-, Z representa halógeno o hidrógeno en las posiciones -5- y -6- pudiendo ambas posiciones ser de hidrógeno pero no pudiendo serlo ambas de halógeno, y R representa un hidrocarburo saturado o no saturado que tenga como máximo tres átomos de carbono, un radical metoxietil o un radical etoxietil, y un fenol sustituido que tiene la fórmula



aislándose posteriormente dicho difenileter.

30

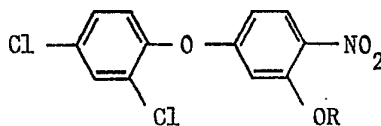
2a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de

Ag

407136

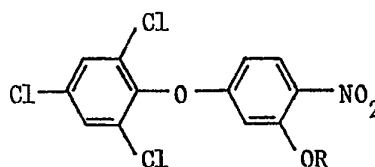


1 acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenileter tiene la fórmula



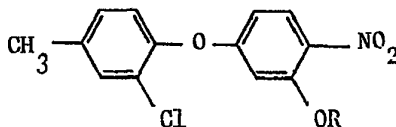
5

3ª) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenileter tiene la fórmula



10

4ª) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenileter tiene la fórmula



15

5ª) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenileter está constituido por un compuesto del grupo constituido por 2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-metoxi-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-etoxietoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-fluor-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-fluor-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-bromo-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-bromo-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-bromo-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-bromo-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2-fluor-4-cloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-fluor-4-cloro-3'-etoxi-4'-

20

25

30

*Dej*



407 136

1 nitrodifenileter; 2,4-difluor-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-difluor-  
3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-difluor-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenile-  
ter; 2-fluor-4-bromo-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-fluor-4-bromo-3'-eto-  
xi-4'-nitrodifenileter; 2-bromo-4-cloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-  
5 bromo-4-cloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-bromo-4-cloro-3'-n-propoxi-  
4'-nitrodifenileter; 2-bromo-4-cloro-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter;  
2-bromo-4-fluor-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-bromo-4-fluor-3'-etoxi-  
4'-nitrodifenileter; 2,4-dibromo-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dibro-  
mo-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dibromo-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenile-  
10 ter; 2,4-dibromo-3'-iso-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4,6-tricloro-3'-  
metoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4,6-tricloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter;  
2,4,5-tricloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4,5-tricloro-3'-metoxietoxi  
4'-nitrodifenileter; 2,4,5-tricloro-3'-etoxietoxi-4'-nitrodifenileter; 2-  
metil-4-cloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-metil-4-cloro-3'-n-propoxi-  
15 4'-nitrodifenileter; 2-metil-4-cloro-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitrodifenile-  
ter; 2-metil-4-cloro-3'-metoxi-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-metil-4-cloro-  
3'-etoxietoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-metil-3'-metoxi-4'-nitrodife-  
nileter; 2-cloro-4-metil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-metil-3'-  
n-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-metil-3'-(2-propeniloxi)-4'-nitro-  
20 difenileter; 2-cloro-4-metil-3'-metoxi-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-  
4-metil-3'-etoxietoxi-4'-nitrodifenileter; 2-fluor-4-metil-3'-metoxi-4'-  
nitrodifenileter; 2-fluor-4-metil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-bromo-  
4-metil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-bromo-4-metil-3'-etoxi-4'-nitro-  
difenileter; 2-cloro-4-etil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-etil-  
25 3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-iso-propil-3'-etoxi-4'-nitrodife-  
nileter; 2,4-dimetil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-metil-4,6-dicloro-3'-  
metoxi-4'-nitrodifenileter; 2-metil-4,6-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenile-  
ter; 2-metil-4,6-dicloro-3'-n-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2-fluor-4,6-  
dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2,6-dicloro-4-metil-3'-etoxi-4'-ni-  
30 trodifenileter; 2-metil-4,6-dicloro-3'-metoxietoxi-4'-nitrodifenileter;

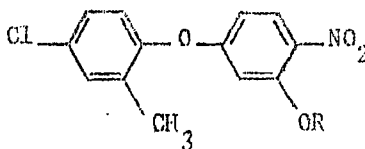
*Bg*

407136



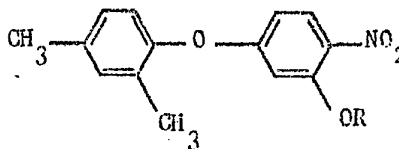
1 2-metil-4,6-dicloro-3'-etoxi-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-etil-3'-  
n-propoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-etil-3'-iso-propoxi-4'-nitrodife  
nileter; 2-cloro-4-iso-propil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2,6-dicloro-  
4-metil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter.

5 6a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de  
acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenil  
eter que tiene la fórmula



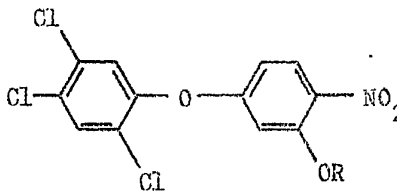
10 es mezclado como ingrediente activo, con otros ingredientes a fin de cons-  
tituir un herbicida.

15 7a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de  
acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenil  
eter que tiene la fórmula



20 es mezclado como ingrediente activo con otros ingredientes a fin de cons-  
tituir un herbicida.

25 8a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de  
acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenil  
eter que tiene la fórmula



es mezclado como ingrediente activo con otros ingredientes a fin de cons-  
tituir un herbicida.

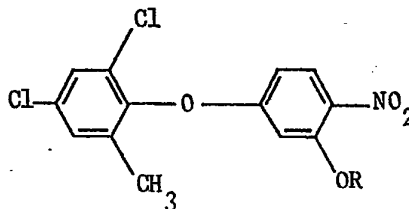
30 9a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de  
acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenil-

Rg



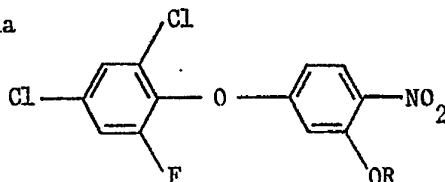
407136

1 éter que tiene la fórmula



5 es mezclado, como ingrediente activo, con otros ingredientes a fin de constituir un herbicida.

10 10a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenil-eter que tiene la fórmula



es mezclado, como ingrediente activo, con otros ingredientes a fin de constituir un herbicida.

15 11a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque dicho difenil-eter que es uno o más de los del grupo compuesto por 2,4-dicloro-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter; 2,4-dicloro-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter; 2-cloro-4-metil-3'-metoxi-4'-nitrodifenileter y 2-cloro-4-metil-3'-etoxi-4'-nitrodifenileter, es mezclado, como ingrediente activo, con otros ingredientes a fin de constituir un herbicida.

20 12a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque ambas reacciones, primera y segunda, son conducidas en presencia de un disolvente.

25 13a) Proceso de producción de difenileteres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque el fenol sustituido que tiene la fórmula

30

Bg

407136



1 obtenido por la segunda reacción, es recuperado y usado de nuevo en la primera reacción.

14ª) Proceso de producción de difeniletéres, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque ambas reacciones, primera y segunda, son conducidas en presencia de un alcali.

15ª) PROCESO DE PRODUCCION DE DIFENILETERES.

Según queda sustancialmente descrito en el documento descriptivo que consta de treinta y cinco hojas mecanografiadas en una sólo cara.

Madrid, a 29 SET. 1972

El Agente Oficial.

MICHEL FERNANDEZ - LOAYSA PINZON  
P. P.

*by*

10

15

20

25

30

*by*