

REC. 07D 2.11/20 // A.O.I.N

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

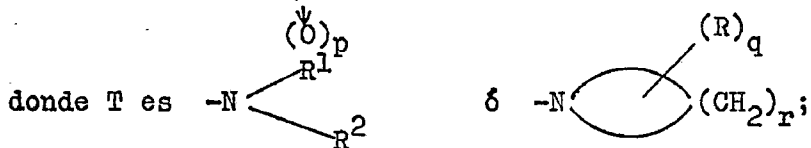
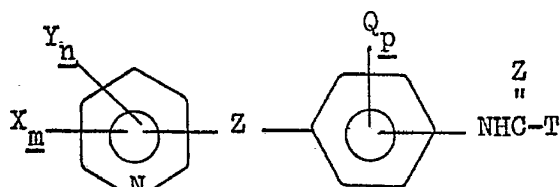
SOLICITANTE: THE DOW CHEMICAL COMPANY

RESIDENCIA: MIDLAND, Michigan, Estados Unidos

ENUNCIADO: Un procedimiento de obtención de un
compuesto de piridiniloxi (tio) feni-
lurea.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 435.615 del 22-1-74

1 La presente invención se refiere a compuestos
 de piridiniloxi(tio)fenilurea sustituidos que corresponden
 a la fórmula:



r representa un número entero 4 ó 5;

q representa un número entero de 0 a 2, inclui-
 dos;

15 cada p, independientemente, representa un núme-
 ro entero 0 ó 1;

cada X, independientemente, representa bromo,
 cloro, yodo o fluor;

m representa un número entero de 0 a 4, inclui-
 dos;

20 cada Y, independientemente representa, ciano,
 nitro, ZR^3 , $-C(X')_3$ ó $-N \begin{matrix} R^4 \\ R^5 \end{matrix}$;

n representa un número entero de 0 a 2, inclui-
 dos;

25 cada Z, independientemente, representa oxígeno
 o azufre;

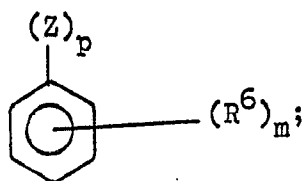
Q representa metilo, etilo, halo, nitro, ciano
 ó trifluormetilo;

30 cada X', independientemente, representa hidró-
 geno o halo;

1 cada R, independientemente, representa hidróge
no o un grupo alquilo desde aproximadame 1 a aproximada-
mente 3 átomos de carbono;

5 R¹ representa hidrógeno, un grupo alquilo des-
de aproximadamente 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono
o un grupo alcoxilo desde aproximadamente 1 a aproximadamen
te 4 átomos de carbono;

 R² representa un grupo alquilo de aproximadamen
te 1 aproximadamente 3 átomos de carbono o



15 R³ representa un grupo alquilo desde aproxima-
damente 1 a aproximadamente 3 átomos de carbono;

 R⁴ y R⁵ cada uno representa, independientemen-
te, hidrógeno o un grupo alquilo desde aproximadamente 1 a
aproximadamente 4 átomos de carbono; y cada R⁶ representa
20 halo o un grupo alquilo desde aproximadamente 1 a aproxima
damente 3 átomos de carbono.

 Por razón de brevedad o para simplificar, el
término "ingrediente activo" se utiliza de aquí en adelante
en esta memoria para describir en sentido amplio los compues
tos de la presente invención.
25

 Los ingredientes activos de la presente inven-
ción son normalmente sólidos cristalinos y son solubles en
los disolventes orgánicos usuales, siendo algo solubles en
agua. Los ingredientes activos son útiles como reguladores
del crecimiento de plantas y especialmente como herbicidas
30

1 cuando se aplican o bien como tratamiento de pre-emergencia
o de postemergencia y pueden formularse con los vehículos
de herbicidas usuales para su empleo en el control de plan-
tas no deseables.

5 Se ha visto que varios de los ingredientes ac-
tivos de la presente invención son adecuados para control
de plantas no deseables entre los cultivos tales como por
ejemplo soja, maíz y arroz, sin perjudicar el cultivo. Por
"plantas" se entiende semillas de siembra, semilleros, y
10 vegetación establecida que incluye raíces y partes aéreas.

El término "alquilo" se utiliza aquí para de-
signar un radical alquilo de cadena recta o ramificada tal
como por ejemplo metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo,
isobutilo y terc-butilo. El término alcoxilo, tal como se
15 emplea, indica un radical de cadena lineal o ramificada tal
como, por ejemplo, metoxilo, etoxilo, propoxilo, isopropoxi-
lo, butoxilo, isobutoxilo y tercbutoxilo.

Los términos "halo" y "halógeno" se emplean
aquí para representar cloro, fluoro y bromo.

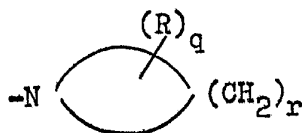
20 Los compuestos preferidos de la presente inven-
ción son aquellos compuestos en los que n es 0 y m es, por
lo menos, 1. En un aspecto preferido además, m es 0 y n es
por lo menos 1. Otra clase preferida de compuestos son aque-
llos en los que la suma de $m + n$ es uno y X ó Y es un ani-
25 llo sustituido en la posición 6 del anillo de la fracción
piridina. En otro aspecto, los compuestos en los que la suma
de $m + n$ es por lo menos 2 son los preferidos. Otro tipo de
compuestos preferidos incluye aquellos en los que T es
-NR¹R². Otra clase todavía de compuestos preferidos incluye

30

aquellos en los que T es $-N \begin{matrix} \swarrow R^1 \\ \searrow R^2 \end{matrix}$ y R¹ y R² representa,

1 cada uno de ellos, alquilo. Aún otra clase preferida de com-
puestos incluye aquellos en los que T es $-NR^1R^2$, R^1 es alco-
xilo y R^2 es alquilo. Otra clase preferida se dirige hacia
5 compuestos en los que T es $-NR^1R^2$, m es 1, n es 0 y X está
en la posición 6 del anillo de la fracción de piridina.
Otra clase preferida de compuestos son aquellos en los que
T es $-NR^1R^2$, n es 1, m es 0 e Y está en la posición 6 del
anillo de la fracción de piridina. Todavía en otro aspecto
preferido T es

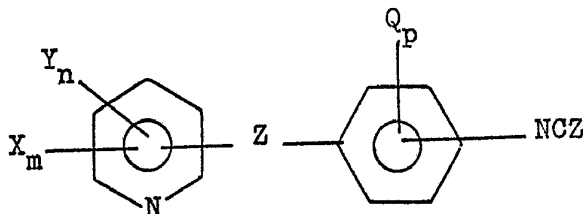
10



15

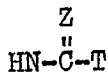
De acuerdo con la presente invención, los nue-
vos compuestos pueden obtenerse por reacción de un iso(tio)
cianato de piridiniloxi(tio)fenilo que corresponde a la fórmu-
la

20



25

con un compuesto que corresponde a la fórmula



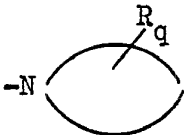
donde los sustituyentes tienen el mismo significado que an-
tes.

30

Los iso(tio)cianatos intermedios pueden prepa-
rarse fácilmente obteniendo primero una solución de fosgeno
o tiofosgeno en un disolvente tal como, por ejemplo, agua,

1 tolueno o similares, y añadiendo a continuación rapidamen-
te, mientras se agita, una solución de una piridiniloxi(tio)-
fenilamina como material de partida en tolueno. La adición
de amina se regula de manera que se mantenga la temperatura
5 de la mezcla a aproximadamente 50C o menos, añadiéndose
cantidades adicionales de disolvente si es necesario. A con-
tinuación de completarse la adición de la amina, se agita
la mezcla de reacción y se calienta gradualmente hasta al-
canzar una temperatura de 75 a 950C. Se separa entonces el
10 vehículo disolvente de la mezcla de reacción por evapora-
ción a presión reducida y el residuo que queda se recoge en
hexano que después se enfría para cristalizar al producto
deseado. Se emplea, preferiblemente, en la reacción, un ex-
ceso de fosgeno o tiofosgeno, en una relación de 3 a 4 mo-
18 les del mismo por mol de amina como reactivo. Durante la
reacción puede separarse el exceso de fosgeno purgando la
mezcla de reacción con un gas inerte, tal como nitrógeno.

Para preparar los compuestos en los que T es

20  (CH₂)_r, se hace reaccionar el isocianato inter-
mediario con la pirrolidina o piridina seleccionada como
reactivo. Esta reacción puede llevarse a cabo a la presión
y temperatura ambientes y se realiza preferiblemente en pre-
25 sencia de un disolvente inerte tal como piridina. Normalmen-
te se emplean cantidades estequiométricas de los reactivos.

Para preparar compuestos de la invención en
los que T es -NR¹R², se pueden hacer reaccionar los isocia-
natos intermediarios con un compuesto de fórmula HN-CZ-NR¹-
30 R² o una sal de hidroxilamina apropiadamente sustituida co-

1 no reactivo en presencia de una base y un disolvente inerte, tal como, por ejemplo, trietilamina y piridina.

La reacción se realiza normalmente a la presión atmosférica ambiente a temperaturas desde 50 a 100°C.

5 Preferiblemente se emplea un agente inductor que aumenta la velocidad de reacción. Agentes inductores representativos que puede utilizarse incluyen, por ejemplo, aminas terciarias tales como trietilamina y similares. Los reactivos se emplean normalmente en proporciones estequiométricas mientras que se utiliza un exceso del agente inductor.

10 Para llevar a cabo la reacción, se ponen en contacto los reactivos en presencia de un disolvente inerte seco que contiene el agente inductor. Entre los disolventes representativos se incluyen, por ejemplo, piridina, tolueno o
15 similares. La mezcla de reacción resultante se calienta, agitando al mismo tiempo, a una temperatura dentro del intervalo descrito antes, durante un periodo desde 0,5 a 2 horas. La mezcla de reacción se agita entonces a temperatura ambiente durante un periodo de 1 a 12 horas y después se
20 enfría y mezcla con agua fría. El precipitado del producto resultante se recoge y purifica por procedimientos típicos previamente señalados.

25 Se ha visto que los compuestos de la presente invención son adecuados para su empleo en métodos para el control urgente pre- y post, del crecimiento de hierbas dañinas u otro tipo de vegetación indeseada. Algunos de los ingredientes activos de la presente invención se ha visto que son activos frente a la vegetación no deseada en presencia de las
30 plantas del cultivo deseadas mientras que sólo producen un efecto mínimo sobre las plantas del cultivo. Para todos estos

1 usos, pueden utilizarse los ingredientes activos sin modi-
ficar. Sin embargo, la presente invención abarca el empleo
de ingredientes activos en forma de composición con un ma-
terial conocido en la especialidad como adyuvante o vehícu-
5 lo en forma sólida o líquida. Así, por ejemplo, un ingre-
diente activo puede dispersarse sobre un sólido finamente
dividido y emplearse entonces en forma de un polvo. También,
los ingredientes activos como concentrados líquidos o compo-
siciones sólidas, que comprenden uno o más de los ingredien-
10 tes activos, pueden dispersarse en agua, típicamente con la
ayuda de un agente de humectación, y emplear la dispersión
acuosa resultante en forma de rociado. En otros procedimien-
tos, el ingrediente activo puede emplearse como un constitu-
yente de composiciones líquidas orgánicas, emulsiones acei-
15 te-en-agua y agua-en-aceite, o dispersiones acuosas, con o
sin adición de agentes humectantes, dispersantes o emulsio-
nantes.

Los adyuvantes adecuados del tipo citado son
bien conocidos por los especialistas en estas técnicas. Si-
20 milarmente son bien conocidos de los artesanos especialis-
tas los métodos de aplicación de las formulaciones herbicidi-
das sólidas o líquidas.

Como disolventes orgánicos utilizados como agen-
tes extensores aquí pueden emplearse hidrocarburos, por
25 ejemplo benceno, tolueno, xileno, keroseno, aceite diesel,
fuel oil y nafta de petróleo, cetonas tales como acetona,
metil-etil-cetona o ciclohexanona, hidrocarburos clorados
tales como tetracloruro de carbono, cloroformo, tricloroeti-
leno, ó percloroetileno, esterés tales como acetato de eti-
30 lo, acetato de amilo, o acetato de butilo, éteres, por ejem

1 plo éter monometílico de etilenglicol y éter monometílico
de dietilenglicol, alcoholes, por ejemplo, metanol, etanol,
isopropanol, alcohol amílico, etilenglicol, propilenglicol
y glicerina. Se pueden emplear mezclas de agua y disolven-
5 tes orgánicos, bien como soluciones o emulsiones.

También se pueden aplicar los ingredientes ac-
tivos en forma de aerosoles, por ejemplo, por dispersión de
los mismos en aire por medio de un gas comprimido tal como
diclorodifluorometano o triclorofluorometano.

10 Los ingredientes activos de la invención pue-
den también aplicarse con adyuvantes o vehículos tales como
talco, pirofilita, sílice sintética fina, arcilla atapulgí-
tica, kieselguhr, greda, tierra de diatomeas, cal, carbona-
to cálcico, bentonita, galactita, cascarilla de semilla de
15 algodón, harina de trigo, harina de soja, piedra pómez, trí-
poli, serrín, serrín de harina de cáscara de nuez, harina
de madera de sequoia y lignina.

Como ya se ha señalado, frecuentemente es de-
seable incorporar un agente superficialmente activo a las
20 composiciones de la presente invención. Tales agentes super-
ficialmente activos o agentes de humectación se emplean con
ventaja tanto en composiciones sólidas como líquidas. Los
agentes superficialmente activos pueden ser de carácter anió-
nico, catiónico o no-iónico.

25 La concentración de los ingredientes activos
en las composiciones líquidas es, generalmente, de 0,001 a
95 por ciento en peso o más. Se emplean frecuentemente con-
centraciones en peso de 0,001 a 50 por ciento en peso. En
los polvos o formulaciones secas, la concentración del ingre-
30 diente activo puede ser de 0,001 a 95 por ciento en peso o

1 más; se emplean, convenientemente, concentraciones de 0,001
a 50 por ciento en peso, frecuentemente. En las composicio-
nes que se emplean como concentrados, el ingrediente activo
puede estar presente en una concentración de 5 a 98 por
5 ciento en peso. Las composiciones pueden tener, también,
otros aditivos compatibles, por ejemplo, productos fitotóxi-
cos, reguladores del crecimiento de plantas, o pesticidas,
y pueden formularse con vehículos fertilizantes sólidos fi-
namente divididos tales como nitrato amónico o urea.

10 Las composiciones presentes pueden aplicarse
por el empleo de pulverizadores a motor, rociadores de to-
rrente y a mano, pulverizado por aspersion, por adición al
agua de riego y por otros medios convencionales. Las compo-
siciones pueden aplicarse también desde aviones en forma de
15 polvo o chorro porque son muy eficaces a dosis muy bajas.

La dosis exacta que ha de aplicarse depende
no solo del ingrediente activo específico que se emplea,
sino también de la especie de planta particular que ha de
modificarse y de la fase de crecimiento de la misma así co-
20 mo de la parte de la planta que ha de estar en contacto con
el ingrediente activo tóxico. En los tratamientos de folla-
je y de pre-urgencia no selectiva, las composiciones de es-
ta invención se aplican usualmente a una velocidad de 1,12-
27,8 kg/hectárea, pero en algunos casos pueden ser apropia-
25 das velocidades inferiores o superiores. En operaciones de
post-emergencia selectiva para el follaje se emplea normal-
mente una dosis de 0,18 a 5,6 kg/hectárea. En algunos ca-
sos, pueden utilizarse dosis más bajas, mientras que en
otros casos pueden necesitarse dosis más altas.

30 Con el fin de ilustrar las propiedades fito-

1 tóxicas generales y selectivas de los ingredientes activos
de la presente invención, se describe a continuación un gru
po de experimentos en un invernadero controlado. En estas
operaciones las diversas semillas y plantas empleadas se
5 representan por letras, como sigue:

- | | | |
|----|---|--|
| | A. Mijo alemán
(<u>Setaria itálica</u>) | R. Sorgo
(<u>Sorghum vulgare</u>) |
| | B. Carricera
(<u>Setaria spp.</u>) | S. Hierba de café
(<u>Cassia marylandica</u>) |
| | C. Hierba de corral
(<u>Echinochloa crusgalli</u>) | T. Argemone
(<u>Sida spinosa</u>) |
| 10 | D. Hierba silvestre
(<u>Digitaria spp.</u>) | U. Cereza de jardines
(<u>Prunus fruticosa</u>) |
| | E. Sorgo halepense
(<u>Sorghum halepense</u>) | V. Valerianilla
(<u>Chemopodium album</u>) |
| | F. Avena silvestre
(<u>Avena fatua</u>) | W. Estramonio
(<u>Datura stramonium</u>) |
| 15 | G. Amaranto
(<u>Amarunthus spp.</u>) | |
| | H. Enredadera
(<u>Convolvulus ipomea</u>) | |
| | I. Heno blanco
(<u>Abutilon theoprosti</u>) | |
| 20 | J. Dondiego de día
(<u>Ipomoea purpuria</u>) | |
| | K. Mostaza silvestre
(<u>Brassica arvensis</u>) | |
| | L. Bardana
(<u>Xanthium spp.</u>) | |
| | M. Arroz
(<u>Zizania aquatica</u>) | |
| 25 | N. Trigo | |
| | O. Maiz
(<u>Zea mays</u>) | |
| | P. Soja
(<u>Glycine soja</u>) | |
| 30 | Q. Algodón
(<u>Gossypium spp.</u>) | |

1 En las operaciones de pre-urgencia, las se-
millas de las especies seleccionadas se plantan en semille-
ros y, estando expuestas, se rocían con un volumen dado de
5 una solución que contiene una cantidad predeterminada del
ingrediente activo para proporcionar el régimen de dosifica-
ción deseado. Tales composiciones se preparan por mezcla
del ingrediente activo y un emulsionante o dispersante con
agua. Se cubren entonces las semillas con una capa de tie-
10 rra y se mantienen en condiciones de crecimiento. Una parte
de los semilleros plantados se dejan sin tratar para propor-
cionar controles con propósitos comparativos. Todos los se-
milleros se humedecen por abajo como lo necesiten. Después
de 14 días aproximadamente de la siembra y tratamiento, se
15 evalúa el efecto de cada uno de los ingredientes de ensayo
sobre las semillas por comparación con los semilleros de
control.

 En las operaciones de post-urgencia se siem-
bran diversas especies de plantas en lechos de buena tierra
agrícola. Después que las plantas salen y crecen hasta una
20 altura de 5 a 15 cm, algunas de las plantas se rocían a cho-
rro con un volumen dado de una composición preparada como
antes se señala. Otras plantas se dejan sin tratar para te-
ner controles de comparación. Todas las plantas se mantienen
como antes durante un periodo de 14 días y se evalúan des-
25 pués para determinar el efecto de cada ingrediente de ensa-
yo.

 Los compuestos de la invención que se han pre-
parado y ensayado incluyen los siguientes:

1	Compuesto Nº	Nombre	Punto de fusión °C
	1	N' -/4-(6-trifluormetil-2-piridinil- oxy)fenil7-N,N-dimetilurea	121 -123
	2	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil7- N-metoxi-N-metilurea	96 - 97
5	3	N' -/4-(6-bromo-2-piridiniloxi)fenil7- N-metoxi-N-metilurea	95 -100
	4	N' -/4-(6-trifluormetil-2-piridinil- oxi)fenil7-N-metoxi-N-metilurea	115 -117
	5	N' -/4-(6-clorodifluormetil-2-piridi- niloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	138 -139
10	6	N' -/4-(6-fluor-2-piridiniloxi)fenil7- N-metoxi-N-metilurea	111 -113
	7	N' -/4-(4,6-dimetil-2-piridiniloxi)- fenil7-N,N-dimetilurea	165 -166
	8	N' -/4-(5-cloro-6-ciano-2-piridinilo- xi)fenil7-N-metoxi-N-metilurea	141 -143
15	9	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniltio)fenil7- N,N-dimetilurea	187 -188
	10	N' -/4-(5-cloro-6-ciano-2-piridinilo- xi)fenil7-N,N-dimetilurea	
	11	N' -/4-(6-bromo-2-piridiniloxi)fenil7- N,N-dimetilurea	144,5-146,5
20	12	N' -/4-(6-cloro-4-trifluormetil-2- piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetil- urea	149,5-150,5
	13	N' -/4-(6-metil-2-piridiniloxi)fe- nil7-N,N-dimetilurea	128 -131
	14	N' -/4-(6-cloro-4-trifluormetil-2- piridiniloxi)fenil7-N-metoxi-N- metilurea	137 -140
25	15	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fe- nil7-N-butil-N-metilurea	99 -101
	16	N' -/4-(4-metil-2-piridiniloxi)fe- nil7-N,N-dimetilurea	158 -160
	17	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fe- nil7-N-(p-clorofeniltio)-N-me- tilurea	106 -109
30	18	N' -/4-(3,5,6-tricloro-2-piridinilo- xi)-fenil7-N,N-dimetilurea	184 -185

1	Compuesto Nº	Nombre	Punto de fusión °C
	19	N' -/4-(3-ciano-2-piridiniloxi)fe- nil/7-N,N-dimetilurea	179 -180
	20	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fe- nil/7-N,N-dimetilurea	132
5	21	N' -/4-(6-bromo-2-piridiniltio)fe- nil/7-N,N-dimetilurea	157,5-161,5
	22	N' -/4-(2-piridiniloxi)fenil/7-N,N- dimetilurea	165 -167
	23	N' -/4-(3,5-dicloro-6-fluor-2-piri- diniloxi)fenil/7-N,N-dimetilurea	170 -173
10	24	N' -/4-(4-cloro-6-trifluormetil-2- piridiniloxi)fenil/7-N,N-dimetil- urea	179 -184
	25	N' -/4-(6-propiltio-2-piridiniloxi)- fenil/7-N,N-dimetilurea	129,7-132,2
	26	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)-3- trifluormetilfenil/7-N,N-dimetil urea	142 -143
15	27	N' -/4-(6-trifluormetil-2-piridinil- tio)fenil/7-N,N-dimetilurea	195 -197
	28	N' -/4-(6-propoxi-2-piridiniloxi)- fenil/7-N,N-dimetilurea	118 -122
	29	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniltio)-fe- nil/7-N-metoxi-N-metilurea	140 -142
20	30	N' -/4-(6-fluor-2-piridiniltio)- fenil/7-N,N-dimetilurea	154 -156
	31	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fe- nil/7-2,5-dimetil-1-pirrolidin- carboxamida	127 -130
	32	N' -/4-(6-cloro-4-clorodifluormetil- 2-piridiniloxi)fenil/7-N,N-dimetil urea	165 -166
25	33	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fe- nil/7-N,N-dimetiltiurea	135 -138
	34	N' -/4-(3,6-dicloro-2-piridiniloxi)- fenil/7-N,N-dimetilurea	147 -150
	35	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil/7- N,N-diethylurea	162 -163
30			

1	Compuesto Nº	Nombre	Punto de fusión °C
	36	N' -/4-(5-cloro-6-ciano-2-piridiniltio)fenil7-N,N-dimetilurea	195 -198
	37	N' -/4-(6-fluor-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	149 -153
5	38	N' -/3-(6-fluor-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	131 -132
	39	N' -/3-(6-trifluormetil-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	119 -120
	40	N' -/3-(6-cloro.2.piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	121 -123
10	41	N' -/4-(4,6-bis(trifluormetil)-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	133 -135
	42	N' -/4-(6-metiltio-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	126 -129
	43	N' -/4-(5-nitro-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	
18	44	N' -/4-(6-ciano-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	163 -165
	45	N' -/4-(5-cloro-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	130 -131
	46	N' -/4-(6-fluor-2-piridiniloxi)fenil7-N-metilurea	161 -163
20	47	N' -/4-(6-fluor-2-piridiniloxi)-fenil7-N,N-dimetiltiourea	155 -160
	48	N' -/4-(6-metoxi-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	132 -140
	49	N' -/4-(3-cloro-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	163 -165
25	50	N' -/4-(3,5-dicloro-2-piridiniloxi)-fenil7-N,N-dimetilurea	160,3-161,3
	51	N' -/3-(5-cloro-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	98 - 99
	52	N' -/4-(6-yodo-2-piridiniloxi)fenil7-N,N-dimetilurea	109 -112
	53	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil7-N-metoxi-N-metiltiourea	125 -127
30	54	N' -/4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil7-N-butil-N-metiltiourea	77 - 79

1	Compuesto Nº	Nombre	Punto de fusión °C
	55	Nº -/4-(6-bromo-2-piridiniloxi)fe- nil/-N,N-dimetiltiurea	141,5-142,5
5	56	Nº -/4-(5-ciano-2-piridiniloxi)fe- nil/-N,N-dimetilurea	143
	57	Nº -/4-(6-cloro-5-ciano-2-piridinilo ci)fenil/-N,N-dimetilurea	
	58	1-óxido de Nº -/4-(6-cloro-2-piridi- niloxi)fenil/-N,N-dimetilurea	190 -191

10 En las operaciones de pre-urgencia genera-
les, representativas, se ve que los compuestos números 1,
2, 3, 4, 5 y 6 dan una inhibición sustancial (al menos 70%)
a completa (100%) del crecimiento de las especies vegeta-
les A, C, D, E, F, G, H, I, J, y K a una velocidad de dosi-
15 ficación de aproximadamente 5,6 kg/hectárea. En operaciones
generales similares, se ve que los compuestos números 7 y 8
dan una inhibición desde sustancial a completa de crecimen-
to de las especies A, E, G y K a una velocidad de dosifica-
ción de 5,6 kg/hectárea.

20 En operaciones de pre-emergencia selectivas,
representativas, se encuentra que los compuestos números 1,
2, 3, 4, 5, y 9 dan de 90 a 100% de control de crecimiento
de semillas de amaranto (Amaranthus spp) con pequeña o nin-
guna inhibición sobre el crecimiento de las semillas de
25 cultivo deseables tal como soja (P), maíz (O) y algodón (Q)
a una velocidad de dosificación de 0,67 kg/hectárea. En
otras operaciones, se ve que el compuesto 10 proporciona un
control completo del crecimiento de las especies (D) y (G)
sin inhibición sobre el crecimiento de las especies de cul-
30 tivo deseables (O), (Q) y (R) a una velocidad de aplicación

1 de 1,4 kg/hectárea.

5 En otras operaciones de pre-emergencia, cada uno de los compuestos números 7, 11, 12, 13, 14, 15, 16, y 17 se ve que dan un control completo, entre otros, de especies (D), (G) e (I) a velocidades de dosificación de 11,2 kg/hectárea.

10 En operaciones de post-urgencia generales representativas, se ve que los compuestos números 18 y 19 dan un control completo de (G) a una velocidad de dosificación de aproximadamente 11,2 kg/hectárea. Similarmente se encuentra que el compuesto 20 es eficaz en el control de post-emergencia de (I) mientras que el compuesto 21 se ve que da un control sustancial de (A), (C), (D), (G), (H) e (I) a velocidades de dosificación de 11,2 kg/hectárea, respectivamente.

18 En otras operaciones se ve que diversos compuestos son eficaces como herbicidas de post-emergencia a una velocidad de dosificación de 11,2 kg/hectárea. La actividad de post-emergencia está indicada en la siguiente Tabla I.

20

25

30

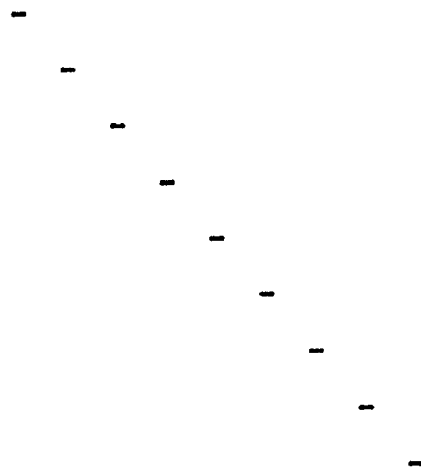


Tabla I

Tipo de planta/tanto por ciento de control

Comp. No	(A)	(C)	(D)	(E)	(G)	(H)	(I)	(J)
9	100	100	100	25	0	0	100	100
13	100	100	100	35	100	100	100	100
14	100	100	100	0	100	100	100	100
15	100	100	100	100	100	100	100	100
16	100	100	100	---	100	100	100	100
22	100	100	100	100	100	---	100	100
23	100	35	100	30	30	40	30	100
24	100	100	100	100	100	100	100	100
25	0	100	40	0	100	100	100	35
26	100	100	100	100	100	100	100	100
27	100	100	100	100	100	100	100	100
28	100	100	100	100	40	50	100	100
29	100	100	30	35	100	100	100	100
30	100	100	100	50	100	100	100	100
31	100	100	100	25	---	100	100	100
32	100	100	100	100	100	100	100	100
33	100	100	100	100	100	100	100	100

En la siguiente Tabla II se señalan otras operaciones de post-emergencia empleando diversos compuestos frente a diversas especies de plantas. Los datos indican también la actividad selectiva de varios compuestos en presencia de plantas de cultivo deseadas a bajas velocidades de dosificación.

Tabla II

Comp. lbs/acre	Dosis/ hectárea	Especies de planta/% de control																			
		Hierbas														Cultivos					
		(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)	(S)	(T)	(U)	(V)	(W)	(N)	(O)	(F)
5	1a	5,0	5,6	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	50	95	100	100	30	90	40	100	70	100	100	100	100	90	100	70	0	0
	2a	2,5	2,8	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	50	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	50	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	4a	2,5	2,8	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	50	70	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	5a	2,5	2,8	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	8a	2,5	2,8	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	10a	2,5	2,8	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,16	0,168	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	11a	2,5	2,8	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,16	0,168	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	12a	5,0	5,6	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	90	90	100	100	30	100	60	40	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	21a	2,5	2,8	30	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	b	0,16	0,118	0	10	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	22	1,25	1,4	40	0	0	0	10	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

1

Tabla II

Comp. No	Dosificación		Especies de planta/% de											
	lbs/acre	kg/hectárea	Hierbas											
			(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)	
5	1a	5,0	5,6	---	100	100	100	100	100	---	---	100	100	100
	b	0,63	0,7	100	100	100	100	90	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	50	95	100	100	30	90	40	100	70	100	100
	2a	2,5	2,8	100	---	100	---	---	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	50	---	50	---	---	100	100	100	100	100	100
10	c	0,16	0,168	50	---	50	---	---	100	50	100	100	100	100
	4a	2,5	2,8	---	100	100	---	---	100	100	100	100	100	100
	b	0,63	0,7	---	100	100	---	---	100	100	100	100	100	100
	c	0,16	0,168	---	50	70	---	---	100	100	100	90	100	100
	5a	2,5	2,8	---	---	---	---	---	100	100	100	100	100	---
15	b	0,63	0,7	---	---	---	---	---	50	100	80	100	100	---
	c	0,16	0,168	---	---	---	---	---	0	0	30	40	100	---
	8a	2,5	2,8	0	---	90	---	---	100	100	100	100	100	50
	b	0,63	0,7	0	---	50	---	---	100	0	50	50	90	50
	c	0,16	0,168	0	---	0	---	---	50	0	0	0	50	0
20	10a	2,5	2,8	---	---	---	---	---	100	100	100	100	100	---
	b	0,16	0,168	---	---	---	---	---	100	100	100	100	100	---
	11a	2,5	2,8	---	100	100	100	90	100	---	---	100	100	100
	b	0,16	0,168	---	100	100	40	0	40	---	---	100	100	100
	12a	5,0	5,6	100	100	100	100	50	100	70	70	---	100	100
25	b	0,63	0,7	90	90	100	100	30	100	60	40	---	100	0
	21a	2,5	2,8	30	---	100	---	---	100	100	100	100	100	100
	b	0,16	0,118	0	---	10	---	---	0	50	100	100	100	0
	22	1,25	1,4	---	40	0	0	0	10	---	---	20	100	0

30

Tabla II

species de planta/% de control													
Hierbas											Cultivos		
(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)	(S)	(T)	(U)	(V)	(W)	(N)	(O)	(P)
100	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	90	100	100
100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	0	40	100
90	40	100	70	100	100	100	100	90	100	70	0	0	60
100	100	100	100	100	100	100	100	90	100	100	40	20	100
100	100	100	100	100	100	100	100	50	100	100	0	0	100
100	50	100	100	100	100	60	100	0	100	70	0	0	0
100	100	100	100	100	100	100	100	90	100	100	50	70	100
100	100	100	100	100	100	100	100	90	100	100	0	20	80
100	100	100	90	100	100	90	70	0	100	60	0	0	60
100	100	100	100	100	---	100	100	90	100	---	10	40	100
50	100	80	100	100	---	100	100	70	100	---	0	0	80
0	0	30	40	100	---	100	30	0	100	---	0	0	60
100	100	100	100	100	50	100	100	0	100	50	0	0	20
100	0	50	50	90	50	100	50	0	100	0	0	0	0
50	0	0	0	50	0	20	0	0	0	0	0	0	0
100	100	100	100	100	---	100	100	70	100	---	10	60	100
100	100	100	100	100	---	100	20	0	100	---	0	0	20
100	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	0	10	100
40	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	0	0	20
100	70	70	---	100	100	---	---	---	---	---	0	0	100
100	60	40	---	100	0	---	---	---	---	---	0	0	40
100	100	100	100	100	100	100	50	0	100	100	0	0	100
0	50	100	100	100	0	100	0	0	0	0	0	0	0
10	---	---	20	100	0	---	---	---	---	---	0	0	80

Tabla II (continuación)

Comp. No	Dosis/ lbs/ acre	kg/ hectárea	Especies de planta/% de control														Cultivos						
			(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)	(S)	(T)	(U)	(V)	(W)	(N)	(O)	(P)		
34a	2,5	2,8	90	---	100	---	---	100	50	100	100	100	100	100	100	100	20	100	50	0	10	70	
b	0,63	0,7	70	---	50	---	---	50	0	20	70	100	50	100	100	0	100	0	100	0	0	20	
35a	2,5	2,8	100	100	100	100	90	100	100	85	100	100	100	---	---	---	---	---	---	---	60	80	100
b	0,63	0,7	100	100	100	100	60	100	70	75	100	100	100	---	---	---	---	---	---	---	20	40	100
c	0,16	0,168	90	90	60	90	60	60	40	40	50	100	50	---	---	---	---	---	---	---	0	0	40
36a	10,0	11,2	100	---	100	---	---	100	60	95	100	100	30	100	100	30	100	100	100	100	0	0	100
b	2,5	2,8	80	---	50	---	---	0	40	30	100	100	30	0	50	0	100	20	---	---	0	0	50
37a	1,25	1,4	---	90	100	100	80	100	---	---	90	100	100	---	---	---	---	---	---	---	0	50	95
b	0,16	0,168	---	0	0	90	0	100	---	---	0	50	0	---	---	---	---	---	---	---	0	0	10
38a	2,5	2,8	---	95	100	100	70	90	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	---	---	0	20	100
b	0,63	0,7	---	20	60	100	20	50	---	---	50	95	50	---	---	---	---	---	---	---	0	0	20
39a	1,25	1,4	---	100	100	100	100	70	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	---	---	10	50	100
b	0,32	0,36	---	100	40	50	100	30	---	---	80	100	100	---	---	---	---	---	---	---	0	20	80
40a	2,5	2,8	---	95	95	100	30	50	---	---	90	100	50	---	---	---	---	---	---	---	0	0	60
b	0,63	0,7	---	0	80	100	10	0	---	---	20	50	0	---	---	---	---	---	---	---	0	0	0
41a	1,25	1,4	---	100	100	100	50	100	---	---	90	100	100	---	---	---	---	---	---	---	10	30	90
b	0,32	0,36	---	90	40	90	0	50	---	---	50	90	60	---	---	---	---	---	---	---	0	0	20
42a	5,0	5,6	---	100	100	80	0	70	---	---	90	100	100	---	---	---	---	---	---	---	0	0	50
b	1,25	1,4	---	80	90	0	0	40	---	---	60	100	0	---	---	---	---	---	---	---	0	0	10
43a	10,0	11,2	---	0	70	0	0	60	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	---	---	0	0	30
b	0,63	0,7	---	0	0	0	0	0	---	---	0	100	0	---	---	---	---	---	---	---	0	0	0
44a	10,0	11,2	---	100	100	100	0	90	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	---	---	0	0	100
b	1,25	1,4	---	95	90	0	0	50	---	---	100	70	70	---	---	---	---	---	---	---	0	0	100

1

5

10

15

20

25

30

Tabla II (continuac

Comp. No	Dosificación		Especies de planta/% de c										
	lbs/acre	kg/hectárea	Hierbas										
			(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)
34a	2,5	2,8	90	---	100	---	---	100	50	100	100	100	10
b	0,63	0,7	70	---	50	---	---	50	0	20	70	100	5
35a	2,5	2,8	100	100	100	100	90	100	100	85	100	100	10
b	0,63	0,7	100	100	100	100	60	100	70	75	100	100	10
c	0,16	0,168	90	90	60	90	60	60	40	40	50	100	5
36a	10,0	11,2	100	---	100	---	---	100	60	95	100	100	3
b	2,5	2,8	80	---	50	---	---	0	40	30	100	100	3
37a	1,25	1,4	---	90	100	100	80	100	---	---	90	100	10
b	0,16	0,168	---	0	0	90	0	100	---	---	0	50	
38a	2,5	2,8	---	95	100	100	70	90	---	---	100	100	10
b	0,63	0,7	---	20	60	100	20	50	---	---	50	95	5
39a	1,25	1,4	---	100	100	100	100	70	---	---	100	100	10
b	0,32	0,36	---	100	40	50	100	30	---	---	80	100	10
40a	2,5	2,8	---	95	95	100	30	50	---	---	90	100	5
b	0,63	0,7	---	0	80	100	10	0	---	---	20	50	
41a	1,25	1,4	---	100	100	100	50	100	---	---	90	100	10
b	0,32	0,36	---	90	40	90	0	50	---	---	50	90	6
42a	5,0	5,6	---	100	100	80	0	70	---	---	90	100	10
b	1,25	1,4	---	80	90	0	0	40	---	---	60	100	
43a	10,0	11,2	---	0	70	0	0	60	---	---	100	100	10
b	0,63	0,7	---	0	0	0	0	0	---	---	0	100	
44a	10,0	11,2	---	100	100	100	0	90	---	---	100	100	10
b	1,25	1,4	---	95	90	0	0	50	---	---	100	70	7

Tabla II (continuación)

pecies de planta/% de control														
Hierbas											Cultivos			
(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)	(S)	(T)	(U)	(V)	(W)	(N)	(O)	(P)	
100	50	100	100	100	100	100	100	20	100	50	0	10	70	
50	0	20	70	100	50	100	100	0	100	0	0	0	20	
100	100	85	100	100	100	---	---	---	---	---	60	80	100	
100	70	75	100	100	100	---	---	---	---	---	20	40	100	
60	40	40	50	100	50	---	---	---	---	---	0	0	40	
100	60	95	100	100	30	100	100	30	100	100	0	0	100	
0	40	30	100	100	30	0	50	0	100	20	0	0	50	
100	---	---	90	100	100	---	---	---	---	---	0	50	95	
100	---	---	0	50	0	---	---	---	---	---	0	0	10	
90	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	0	20	100	
50	---	---	50	95	50	---	---	---	---	---	0	0	20	
70	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	10	50	100	
30	---	---	80	100	100	---	---	---	---	---	0	20	80	
50	---	---	90	100	50	---	---	---	---	---	0	0	60	
0	---	---	20	50	0	---	---	---	---	---	0	0	0	
100	---	---	90	100	100	---	---	---	---	---	10	30	90	
50	---	---	50	90	60	---	---	---	---	---	0	0	20	
70	---	---	90	100	100	---	---	---	---	---	0	0	50	
40	---	---	60	100	0	---	---	---	---	---	0	0	10	
60	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	0	0	30	
0	---	---	0	100	0	---	---	---	---	---	0	0	0	
90	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	0	0	100	
50	---	---	100	70	70	---	---	---	---	---	0	0	100	

Tabla II (continuación)

Comp. No	Dosis/lbs/acre	Dosis/kg/hectárea	Especies de planta/% de control																		
			(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(G)	(H)	(I)	(J)	(K)	(L)	(S)	(T)	(U)	(V)	(W)	(N)	Cultivos (O)	(P)
45a	1,25	1,4	---	90	100	90	70	100	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	10	40	100
b	0,32	0,36	---	90	100	90	50	90	---	---	100	100	50	---	---	---	---	---	0	0	100
46a	10,0	11,2	---	100	100	100	0	70	---	---	0	100	100	---	---	---	---	---	0	0	100
b	2,5	2,8	---	70	80	90	0	100	---	---	0	100	50	---	---	---	---	---	0	0	80
47a	10,0	11,2	100	70	70	60	100	70	100	100	95	70	---	---	---	---	---	---	20	20	100
b	1,25	1,4	70	40	50	50	10	80	40	80	80	100	0	---	---	---	---	---	0	0	70
48a	10,0	11,2	100	100	100	100	60	90	90	100	100	100	100	---	---	---	---	---	20	10	100
b	1,25	1,4	95	95	60	70	20	50	20	60	80	100	70	---	---	---	---	---	0	0	60
49	5,0	5,6	70	50	40	70	0	80	10	50	90	90	10	---	---	---	---	---	0	0	40
50a	5,0	5,6	90	80	80	100	50	100	60	60	95	90	70	---	---	---	---	---	0	0	40
b	0,63	0,7	60	50	20	80	20	100	40	0	20	100	0	---	---	---	---	---	0	0	0
51a	1,25	1,4	---	100	100	100	80	100	---	---	100	100	100	---	---	---	---	---	20	40	70
b	0,32	0,36	---	40	80	100	30	50	---	---	40	100	50	---	---	---	---	---	0	0	20
52a	10,0	11,2	100	---	80	100	0	100	100	25	100	---	---	---	---	---	---	---	---	0	25
b	0,63	0,7	55	---	0	30	0	100	90	0	45	---	---	---	---	---	---	---	---	0	0
53a	10,0	11,2	90	---	100	100	20	100	100	30	95	---	---	---	---	---	---	---	---	0	90
b	1,25	1,4	30	---	90	70	0	100	100	0	100	---	---	---	---	---	---	---	---	0	30

1

5

10

15

20

25

30

1 En otras operaciones de post-urgencia, se ve que los compuestos 56 y 57 dan un control completo de las especies (A), (I) y (J) a una velocidad de dosificación de 11,2 kg/hectárea.

5 Los anteriores datos ilustran la actividad fitotóxica general así como la actividad fitotóxica selectiva de los compuestos de la presente invención. Aunque se ha demostrado la actividad de pre y post-urgencia a varias velocidades de aplicación, ha de entenderse que también se pueden alcanzar operaciones selectivas específicas y especificidad de cultivos, en muchos casos, por el empleo de velocidades de dosificación inferiores a las presentadas antes.

10 Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención.

15 Ejemplo 1 N' / 4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil / 2,5-dimetil-1-pirrolidincarboxamida

Se añade tiofosgeno (10,5 gramos; 0,091 moles) a una solución, agitada, de agua (170 ml) y dimetoxietano (25 ml). Se añade 4-(6-cloro-2-piridiniloxi)benzamina (20 gramos; 0,0906 moles) en pequeñas porciones (el dimetoxietano ayuda a suspender la amina en la solución acuosa de tiofosgeno) a la solución de tiofosgeno, agitada, durante un periodo de 20 minutos. La temperatura durante la adición es de 25-30°C. A continuación de la adición del reactivo amina, se filtra la mezcla de reacción para recuperar el precipitado del producto que se ha formado durante la reacción. El precipitado se disuelve entonces en hexano a ebullición y la solución resultante se seca y enfría para dar el deseado isotiocianato de 4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenilo como un sólido cristalino amarillo claro que tiene un punto

1 de fusión de 59-62°C. Se llega a que este producto tiene
contenidos de carbono, hidrógeno, nitrógeno, cloro y azu-
fre de 55,5, 2,3, 10,9, 13,36 y 12,34 por ciento, respecti-
vamente, en comparación con los contenidos teóricos de 54,82,
5 2,69, 10,66, 13,5 y 12,2 por ciento, respectivamente.

Se añade 2,5-dimetilpirrolidina (2,5 gramos;
0,0284 moles) a la temperatura ambiente, a una solución del
anterior isotiocianato de 4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenilo
(7,0 gramos; 0,0284 moles) en 25 ml de piridina anhidra. La
10 mezcla de reacción resultante se deja reposar a temperatura
ambiente durante aproximadamente 16 horas y después se vier-
te en 300 ml de agua fría. El precipitado del producto re-
sultante se recupera por filtración, se lava con agua, y se
recoge en benceno a ebullición. Se añade entonces hexano a
15 la solución y se enfría ésta para que precipite la N- $\sqrt{4}$ -(6-
cloro-2-piridiniloxi)fenil $\sqrt{7}$ -2,5-dimetil-1-pirrolidincarboxa-
mida deseada en forma de sólido cristalino, p.f. 127-130°C,
teniendo un contenido de carbono, hidrógeno, nitrógeno y
cloro de 62,2, 5,7, 11,9 y 10,2 por ciento, respectivamen-
te, en comparación con los contenidos teóricos de 62,5,
20 5,82, 12,5 y 10,25 por ciento, respectivamente.

Ejemplo 2 N' - $\sqrt{4}$ -(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil $\sqrt{7}$ -N-meto-
xi-N-metilurea

Se pasa una corriente de fosgeno a través de
25 120 ml de tolueno seco mantenido a una temperatura de 0 a
50°C hasta que ha sido absorbido un peso de 13,4 gramos
(0,135 moles). Se añade entonces 4-(6-cloro-2-piridiniloxi)-
bencenamina (10,0 gramos; 0,045 moles) en 100 ml de tolueno
seco a la solución de fosgeno agitada durante un periodo de
30 aproximadamente 15 minutos, mientras se mantiene la tempera

1 tura de reacción dentro de un intervalo de 2 a 5°C. A conti
nuación de completarse la adición, se agita la mezcla de
reacción durante 20 minutos aproximadamente, y después se
5 eleva la temperatura de reacción gradualmente a medida que
el exceso de fosgeno se purga con una corriente de nitróge-
no. Cuando se alcanza una temperatura de reacción de aproxi
madamente 85°C, la mezcla de reacción se vuelve clara. Se
separa entonces, sustancialmente, el disolvente tolueno a
presión reducida y se añade hexano al residuo para dar iso
10 cianato de 4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenilo en forma de un
producto cristalino blanco que tiene un punto de fusión de
96-97°C.

Se añade isocianato de 4-((6-cloro-2-piridi-
nil)oxi)fenilo (4 gr; 0,0162 moles) preparado antes, e hidro
15 cloruro de N-metil-O-metilhidroxilamina (1,6 gramos; 0,0162
moles) a 25 ml de piridina anhidra que contiene 5,0 gramos
de agente inductor de trietilamina. La mezcla de reacción
resultante se calienta a aproximadamente 60°C durante un pe
riodo de aproximadamente media hora y se vierte entonces en
20 agua fría. El precipitado resultante, que representa la N'-
[4-(6-cloro-2-piridiniloxi)fenil]-N-metoxi-N-metilurea dese
da se recupera por filtración y se recristaliza de benceno.
Se ve que el producto cristalino así obtenido tiene un pun
to de fusión de 96-97°C y los contenidos de carbono, hidró-
25 geno, nitrógeno y cloro de 54,7, 4,8, 13,7 y 11,64 por cien
to, respectivamente, en comparación con los contenidos teó-
ricos de 54,6, 4,58, 13,65 y 11,55 por ciento respectiva
mente.

1 Ejemplo 3 N'-[4-(6-trifluorometil-2-piridiniloxi)fenil]-
N-metoxi-N-metilurea

5 Se añade una solución de hidrocloruro de O,N-dimetilhidroxilamina (4,0 gramos; 0,041 moles) y trietilamina (8,0 gramos) en 25 ml de piridina a 2-(4-isocianato-fenoxi)-6-(trifluorometil)piridina (10,8 gramos; 0,0385 moles) disuelta en 15 ml de piridina. Se calienta la mezcla de reacción a 60° durante 35 minutos dejando luego reposar durante 72 horas. Al cabo de este tiempo se vierte la solución en agua fría (250 ml) y el sólido resultante se filtra, se lava y se recoge en benceno caliente. Se seca la solución y se añade hexano para precipitar el producto del título en forma de cristales blancos que tienen un punto de fusión de 115-117°C. Rendimiento: 8,0 g (60,8%).

15

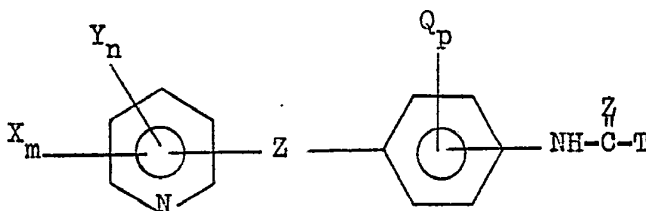
Análisis:	Calculado	Encontrado
C	52,79	52,9
H	4,13	4,4
N	12,31	12,2

20 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes

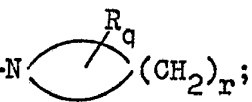
REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de obtención de un compuesto de piridiniloxi(tio)fenilurea que corresponde a la fórmula:

25



30

1 donde T es $-NR^1R^2$ ó $-N$  $(CH_2)_r$;

r representa 4 ó 5;

q representa 0, 1, ó 2;

p representa 0 ó 1;

5 cada X representa bromo, cloro, yodo o fluor;

m representa un número entero de 0 a 4;

cada Y representa ciano, nitro, ZR^3 , $-C(X')_3$, ó $-NR^4R^5$;

n representa 0, 1 ó 2;

10 cada Z representa oxígeno o azufre;

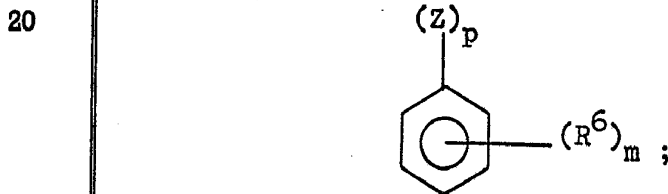
Q representa metilo, etilo, halo, nitro, ciano o tri fluorometilo;

cada X' representa hidrógeno o halo;

15 cada R representa hidrógeno o alquilo que contienen de 1 a 3 átomos de carbono;

R^1 representa hidrógeno o alquilo o alcoxilo que contienen de 1 a 4 átomos de carbono;

R^2 representa alquilo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono o

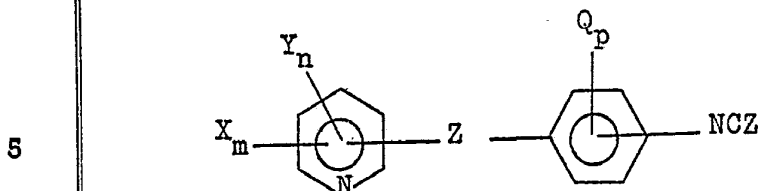


25 R^3 representa alquilo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono;

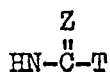
R^4 y R^5 representa hidrógeno o alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

30 y R^6 representa halo o alquilo que contienen de 1 a 3 átomos de carbono, caracterizado, porque se hace reaccionar

1 un iso(tio)cianato de piridiniloxi(tio)fenilo que correspon
de a la fórmula



con un compuesto que corresponde a la fórmula



10 2. Un procedimiento, según la reivindicación
1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo emplean
do cantidades estequiométricas de reactivos.

15 3. Un procedimiento, según las reivindica-
ciones 1 ó 2 caracterizado porque la reacción se lleva a ca
bo en presencia de un disolvente inerte.

4. Un procedimiento, según la reivindicación
3, caracterizado porque el disolvente empleado es piridina.

20 5. Un procedimiento, según cualquiera de las
reivindicaciones 1 a 4 caracterizado porque para obtención
de los compuestos en los que T es $-\text{NR}^1\text{R}^2$, la reacción se lle
va a cabo en presencia de una base.

6. Un procedimiento, según la reivindicación
5, caracterizado porque la base empleada es trietilamina.

25 7. Un procedimiento, según las reivindicacio
nes 5 ó 6, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo
a una temperatura dentro del intervalo de 50 a 100°C.

30 8. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la patente de invención que se solicita:
Un procedimiento de obtención de un compuesto de piridini-

1 loxi (tio) fenilurea.

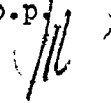
Todo conforme queda descrito y reivindicado
en la presente memoria descriptiva que consta de veintio-
cho páginas mecanografiadas.

5

Madrid 15 enero 1.975

BERNARDO UNGRIA

p.p.



10

15

20

25

30