



ESPAÑA

COPIA
PATENTE DE INVENCION

446180
18 MAR. 1976

UN AT

(50) ORIGINALIDAD (51) NUMERO P 25 12 171.5	(52) FECHA 20 de marzo de 1.975	(53) PAIS República Federal Alemana
---	------------------------------------	--

(47) FECHA DE LIBERIDAD	(54) FABRICACION INTERNACIONAL COTC, COTD // MOIN	(55) PATENTE DE LA QUE ES INDEPENDIENTE
-------------------------	--	---

(56) TITULO DE LA INVENCION Procedimiento para preparar 2,3-dihalógeno-alcanoil-úreas.

(71) SOLICITANTE (S) BAYER AKTIENGESELLSCHAFT., entidad alemana.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana,

(72) INVENTORES Dr. Edgar Enders. Dr. Helmut Kasperd Dr. Wilhelm Brandes.
--

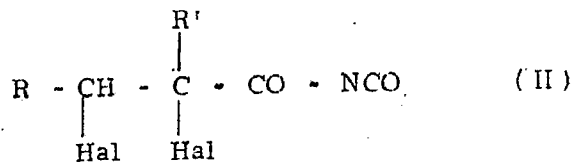
(73) TITULARES

(73) REPRESENTANTE D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET.

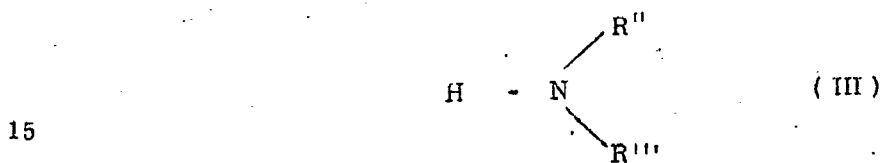
**POOR
QUALITY**

1 Hal cloro o bromo,
muestran fuertes propiedades fungicidas.

Además fué encontrado que se obtienen las
2, 3-dihalogeno-alcanoil-ureas de la fórmula (I), si isocianatos de
5 2, 3-dihalógeno-alcanoilo de la fórmula



en la cual
10 R, R' y Hal tienen los significados arriba indicados,
se hacen reaccionar con una amina primaria o secundaria de la fórmula
general

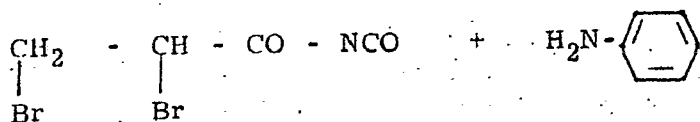


15 en la cual
R'' y R''' tienen los significados arriba indicados,
en presencia de disolventes inertes.

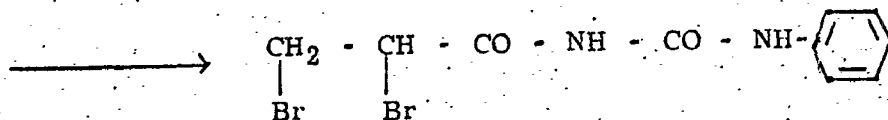
Sorprendentemente, las 2, 3-dihalogeno-alca-
20 noil-úreas según el invento muestran un efecto fungicida considerable-
mente superior a aquel de los productos comerciales conocidos arriba
indicados. Por consiguiente, las sustancias según el invento representan
un enriquecimiento de la técnica.

Si, como sustancias de partida, se emplean
25 isocianato de 2, 3-dibromo-propionilo y anilina, el desarrollo de la reac-

1 cion puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas:



5



10

Los isocianatos de 2, 3-dihalogeno-alcanolito
necesitados para la producción de las 2, 3-dihalogeno-alcanolil-ureas
de la fórmula (I), están definidos generalmente por la fórmula arriba
indicada (II). En esta fórmula, R y R' representan preferiblemente hi-
drógeno o alquilo con hasta 5 átomos de carbono y a Hal corresponde el
significado de cloro o bromo conforme a su definición.

15

Los compuestos de la fórmula (II) aún no son
conocidos. Pueden ser preparados de tal manera que, preferiblemente
en disolventes inertes, por ejemplo hidrocarburos halogenados, corres-
pondientes amidas de ácidos alquenocarboxílicos, tales como por ejem-
plo amida de ácido acrílico, se mezclan, preferiblemente dentro del mar-
gen de temperatura entre -10 y + 30°C, con cloro o bromo y el aducto
obtenido eventualmente sin su aislamiento intermedio, se hace reaccio-
nar con cloruro de oxalilo, llevándose a cabo la última reacción preferi-
blemente entre + 50 y 100°C; con esto, bajo desdoblamiento de ácido halo-
genhídrico y de monóxido de carbono, se forman los deseados productos
de partida de la fórmula (II) (compárense al respecto también las indi a-

25

1 ciones en los ejemplos de preparacion). Como ejemplos de compuestos de la fórmula (II) sean mencionados:

isocianato de 2, 3-dibromo-propionilo,

isocianato de 2, 3-dicloro-propionilo,

5 isocianato de 2, 3-dibromo-2-metil-propionilo,

isocianato de 2, 3-dicloro-2-metil-propionilo,

isocianato de 2, 3-dibromo-butirilo,

isocianato de 2, 3-dicloro-butirilo,

isocianato de 2, 3-dicloro-2-metil-butirilo,

10 isocianato de 2, 3-dibromo-n-pentanoilo,

isocianato de 2, 3-dicloro-n-octanoilo,

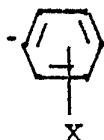
Como productos de partida, además son requeridas las aminas primarias o secundarias de la fórmula (III). En esta fórmula, R'' representa preferiblemente los grupos fenilo, naftilo, antracenoilo, antraquinoloilo, benzotiazolilo, benzoxazolilo y benzimidazolilo. Estos radicales aromáticos, respectivamente heteroaromáticos, que acaban de mencionarse, pueden estar sustituidos una o varias veces, preferiblemente por halogeno, hidroxilo, nitro, ciano, por alquilo con 1 a 12 átomos de carbono, alcoxi y alquiltio cada uno con 1 a 6, particularmente 15 1 a 4 átomos de carbono, halogenoalquilo y halogenoalquiltio cada uno con 1 a 2 átomos de carbono y 1 a 5 átomos de halógeno, particularmente fluor y/o cloro; además preferiblemente por fenilo, fenoxi y feniltio, pudiendo los tres radicales últimamente mencionados contener como segundos sustituyentes halogeno y/o nitro, siendo además sustituyentes preferiblemente los grupos fenilamino, alquilamino y dialquilamino, en cuyo caso, 25

1 en los dos sustituyentes ultimamente mencionados, los grupos alquilo
contienen, en el átomo de nitrógeno, 1 a 4, particularmente 1 a 2 áto-
mos de carbono, pudiendo los grupos alquilo formar también conjunta-
mente con el átomo de nitrógeno de ligadura un anillo heterocíclico que,
5 como heteroátomos ulteriores, puede contener todavía átomos de nitro-
geno, de oxígeno o de azufre, pudiendo mencionarse como ejemplos de
tales sistemas de anillo los radicales pirrolidino, 2-oxo-pirrolidino,
imidazolidino, morfolino y maleinimido. Además, como posibles susti-
tuyentes de los radicales aromáticos, respectivamente heteroaromáti-
cos R'', han de mencionarse:

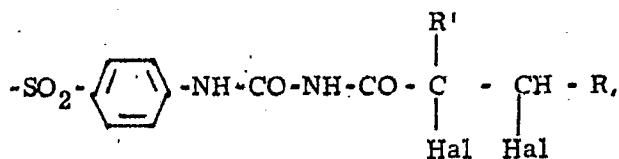
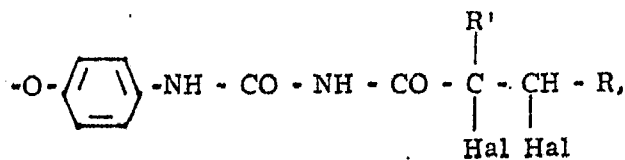
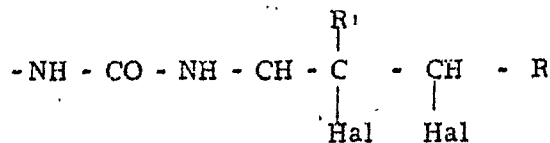
Los grupos acetilo, aldehído, sulfociano, ben-
cilo y benzoilo, pudiendo los dos radicales últimamente mencionados
estar sustituidos por cloro; los grupos fenilsulfínilo, fenilsulfonilo, al-
quilsulfínilo y alquilsulfonilo, pudiendo los cuatro radicales últimamente
15 mencionados llevar cloro o fluor como sustituyente ulterior; además, el
grupo cicloalquilo y cicloalquenilo cada uno con 5 a 6 átomos de carbono,
el grupo alquenilo con 2 a 4 átomos de carbono, pudiendo mencionarse
como ejemplos los grupos aliloxi y metaliloxi; además, el grupo acilam-
no eventualmente sustituido por cloro con 1 a 6, particularmente con 2
20 4 átomos de carbono; luego el grupo alquilsulfonilo con 1 a 6 átomos
de carbono y el grupo arilsulfonilo, pudiendo mencionarse como ejem-
plos de los dos radicales ultimamente nombrados los grupos metansulf-
niloxi y fenilsulfonilo; además, los grupos alquilamidossulfonilo y dial-
quilamidossulfonilo con 1 a 6 átomos de carbono en la parte alquilo, pudien-
do citarse como ejemplos de los dos grupos últimamente mencionados los

1 grupos dimetilamidossulfonilo, etilamidossulfonilo, butilamidossulfonilo y
piperidinosulfonilo; sustituyentes ulteriores son el grupo arilamidossulfo-
nilo eventualmente sustituido por cloro, como en el ejemplo del grupo clo-
rofenilamidossulfonilo; luego los grupos alquilamidocarbonilo y dialquil-
5 amidocarbonilo, conteniendo los radicales alquilo 1 a 4, particularmente
1 a 2 átomos de carbono y pudiendo estos radicales alquilo formar con el
átomo de nitrógeno de ligadura un anillo, pudiendo citarse como ejemplos
de los dos grupos últimamente mencionados los grupos metilamidocarboni-
lo, dimetilamido carbonilo y morfolinocarbonilo.

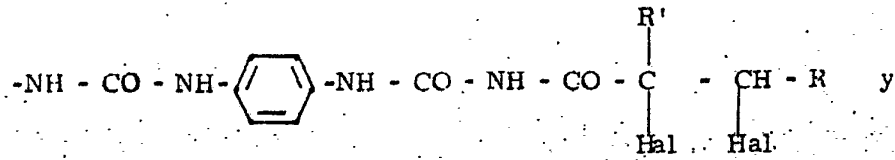
10 Además, R'' puede representar todavía prefe-
riblemente el grupo



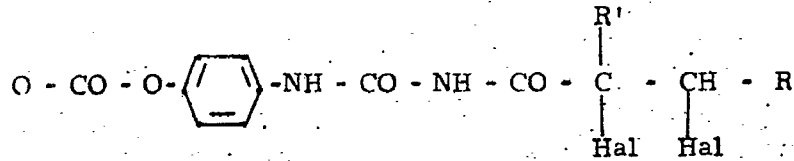
15 pudiendo X significar los radicales



1



5



en cuyas fórmulas R, R' y Hal tienen los significados arriba indicados,

10

En la fórmula (III), el radical R''' representa preferiblemente hidrógeno; alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, eventualmente sustituido por ciano, metoxi, etoxi, metiltio y etiltio; ciclohexilo, bencil y por fin preferiblemente fenilo.

15

Como aminas de la fórmula (III), a título de ejemplo, entran en consideración:

20

Anilina, 2-, 3- o 4-cloroanilina, 3,4-dicloroanilina, 2,4-dicloroanilina, 2,6-dicloroanilina, 3,5-dicloroanilina, 2,4,5-, 2,4,6- y 3,4,5-tricloroanilina, 4-bromo-anilina, 2-cloro-4-bromoanilina, 2-metil-4-cloroanilina, 4-yodoanilina, 4-fluoranilina, 2-, 3- y 4-metil-anilina, 2,4,5-trimetilanilina, 4-ter-butil-anilina, 4-isohexilanilina, 4-dodecilanilina, 2-etil-4-cloroanilina, 2-isopropil-4-bromo-anilina, 2,4-dibromo-anilina, 2-metil-4,5-dicloro-anilina, 2,4-, 3,4- y 2,6-dimetil-anilina, 2,6-dietil-anilina, 2,6-diisopropil-anilina, 4-metil-2,6-diisopropil-anilina, 4-ciclohexetil-anilina, 2-, 3- o 4-nitro-anilina, 2-cloro-4-nitro-anilina, 3,5-dicloro-4-metoxi-anilina

25

1 3,5-dibromo-4-etilto-anilina, 3,5-dimetil-4-cloro-anilina, 3,4-dime-
toxi-anilina, 2-cloro-5-dimetilamidossulfonil-anilina, 2-cloro-5-ciano-
anilina, 3,5-bis-trifluorometil-anilina, 3-metil-4-aliloxi-anilina,
2-cloro-5-dimetilamidocarbonil-anilina, 3-metil-4-metoxicarbonilami-
5 no-anilina, 2-cloro-4-metansulfoniloxi-anilina, 4-amino-difenilo,
1-cloro-2-amino-naftaleno, éter 4-amino-difenílico, éter 4',2,6-tri-
cloro-4-amino-difenílico, N-metil-anilina, N-etil-anilina, N-isopropil-
anilina, N-ciclohexil-anilina, N-bencil-anilina, difenilamina, N-(2-ciano-
etil)-anilina, N-(2-metoxi-etil)-anilina, N-(2-etoxicarbonil-etil)-anilina,
10 N-(2-etil-mercapto-etil)-anilina, N-metil-4-toluidina, N-etil-3-toluidina,
N-metil-4-cloro-anilina, N-metil-2,4-dicloro-anilina, N-metil-3,4-di-
cloro-anilina, N-metil-4-cloro-2-metil-anilina, N,2,4-trimetil-anilina,
N,2,6-trimetil-anilina, N-metil-2,6-diisopropil-anilina, 4-cloro-dife-
nilamina, N-metil-1-amino-naftaleno, N-fenil-1-amino-naftaleno,
15 N-fenil-2-amino-naftaleno, N-metil-1-amino-antracono, N-metil-1-ami-
no-antraquinona, N-metil-4-nitro-anilina, N-metil-2-cloro-4-nitro-ani-
lina, N-etil-2-nitro-4-clorometilsulfonil-anilina, sulfuro de 4',2-dicloro-
4-amino-difenilo, éter 4'-dimetilaminosulfonil-2,6-dicloro-difeníli-
co, sulfóxido de 4',2-dicloro-4-amino-difenilo, 4',2-dicloro-4-amino-
20 difenilsulfona, 4',2,6-tricloro-4-amino-difenilsulfona, 4'-cloro-4-amino-
benzofenona, 4'-cloro-4-amino-difenilmetano, 1-, 2- y 9-aminoantraceno,
1- y 2-amino-antraquinona, 1,4-diamino-benceno, 1,3-diamino-ben-
ceno, éter 4,4'-diamino-difenílico, 4,4'-diamino-difenilsulfona,
4,4'-diamino-difenilúrea, carbonato de 4,4'-diamino-difenilo.

1 los generalmente conocidos al mundo técnico, que pueden ser produ-
cidos según métodos generalmente conocidos y usuales en los labo-
ratorios.

5 Como diluyentes para la reacción de los
compuestos de la fórmula (II) con los compuestos de la fórmula
(III), entran en consideración tales disolventes orgánicos que
son inertes con respecto a isocianatos de acilo. A estos pertenecen
preferiblemente hidrocarburos, por ejemplo éter de petróleo, ligroína
y bencina del margen de ebullición de entre 40 y 150°C; además,
10 benceno, tolueno y clorobenceno; además, alcanos clorados, tales co-
mo diclorometano, triclorometano, tetracloruro de carbono o 1,2-di-
cloroetano; además, éteres, tales como éter dietílico; además, ace-
tonitrilo, dimetilformamida y cetonas, tales como acetona.

15 Las temperaturas de reacción pueden ser
variadas dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja en-
tre -20 y + 100°C, preferiblemente entre -10 y + 50°C.

20 En la realización del procedimiento según
la invención, por 1 mol de la amina según la fórmula (III) se aplica
preferiblemente 1,0 a 1,1 mol de isocianato de acilo de la fórmula (II),
sin embargo, una puede quedarse debajo o excederse de estos límites
en hasta un 20 % sin empeoramiento sustancial del rendimiento. Indica-
ciones más detalladas referentes a la reacción se encuentran en los ejem-
plos de preparación; la elaboración se realiza en forma sencilla por se-
paración de los productos de reacción que, eligiéndose adecuadamente
25 el disolvente, se separan de éste por cristalización y que en la mayoría

1 de los casos son analíticamente puros. En el otro caso, el aislamiento
y la purificación pueden ser logrados por medidas apropiadas, tales como
la concentración de la solución y la recristalización del residuo. En to-
dos los casos, ha de prestarse atención a la ausencia de humedad y de
5 disolventes conteniendo grupos hidroxilo en la mezcla de reacción, a fin
de evitar reacciones secundarias con el radical de isocianato de acilo.

A título de ejemplo, la reacción puede ser lle-
vada a cabo de tal manera que bajo agitación y enfriamiento se instila
una solución del isocianato de 2, 3-dihalogeno-propionilo lentamente en una
10 solución de la arilamina provista. La concentración del isocianato de 2, 3-
dihalogenopropionilo en el disolvente está entre 5 y 100 % en peso, prefe-
riblemente entre 10 y 80 % en peso, y aquella de la arilamina está entre
3 y 60 % en peso, preferiblemente entre 5 y 40 % en peso. La reacción
se desarrolla en forma debilmente exotérmica y en el caso dado es termi-
15 nada por calentamiento a 30°C hasta 50°C. Las N-aril-N'-(2, 3-dihalogeno-
acil)-ureas son difícilmente solubles en los disolventes indicados y pueden
ser aislados por filtración.

En otra forma de realización del procedimiento
de acuerdo con la invención, bajo condiciones de reacción en lo demás iguales,
20 se provee una solución del isocianato de 2, 3-dihalogeno y a la misma se
agrega lentamente una solución de la arilamina.

Las sustancias activas según el invento mues-
tran un fuerte efecto fungitóxico. Su baja toxicidad para animales de san-
gre caliente y su buena tolerabilidad por plantas altas permiten su aplica-
25 ción como agentes para proteger las plantas contra enfermedades provoca-

1 das por hongos. No dañan las plantas cultivadas en las concentraciones
necesarias para combatir los hongos. Los agentes fungitoxicos en la
protección de plantas son aplicados para combatir hongos de las más di-
versas clases de hongos, tales como arquimicetos, hifomicetos, ascomi-
5 cetos, basidiomicetos y hongos imperfectos.

Las sustancias activas según el invento pue-
den ser empleadas contra hongos parasitarios sobre partes de planta cre-
cidas encima del suelo, contra hongos provocadores de traqueomicosis
que atacan las plantas desde el suelo, contra hongos transferibles por
10 las semillas, así como contra hongos habitantes en el suelo. Son particu-
larmente eficaces contra hifomicetos, ascomicetos y basidiomicetos. Co-
mo hongos importantes a combatir con las sustancias activas, en detalle
pueden mencionarse: *Phytophthora infestans* y *Fuscladium dendriticum*
15 y *Puccinia recondita*.

Las sustancias activas según la invención pue-
den ser llevadas a las siguientes formulaciones usuales, tales como solu-
ciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas
se preparan en forma en si conocida por ejemplo por mezclado de las
20 sustancias activas con diluyentes, vale decir, disolventes líquidos, gases
licuados que se encuentran bajo presión y/o sustancias portadoras sólidas,
eventualmente bajo utilización de agentes tensioactivos, vale decir
emulsionantes y/o dispersantes y/o agentes espumantes. En caso de uti-
lización de agua como diluyente, pueden utilizarse, como disolventes au-
25 xiliares por ejemplo también solventes orgánicos. Como disolventes lí-

1 líquidos entran básicamente en consideración: hidrocarburos aromáticos
tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, hidrocarburos
aromáticos clorados o hidrocarburos alifáticos clorados, tales como clo-
5 robencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno, hidrocarburos alifáti-
cos tales como ciclohexano, parafinas por ejemplo fracciones de petróleo,
alcoholes tales como butanol o glicol, así como sus éteres y ésteres,
cetonas, tales como acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona, o ciclo-
hexanona, solventes polares fuertes tales como dimetilformamida y dime-
tilsulfóxido, así como agua, bajo agentes diluyentes o portadores gaseosos
10 licuados, se entienden aquellos líquidos que son gaseosos a temperatura
normal y bajo presión normal, por ejemplo gases propulsores de aerosol,
tales como hidrocarburos halogenados por ejemplo, freón; como portado-
res sólidos entran en consideración minerales naturales molidos tales
como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, attapulguita, montmorillo-
15 nita o tierra de diatomeas y minerales sintéticos molidos, tales como
ácido silícico altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos, como
agentes emulsionantes y/o espumantes entran en consideración: emulsio-
nantes no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres polioxi-etilénicos de
ácidos grasos, éteres polioxi-etilénicos de alcoholes grasos, por ejemplo
20 éter alquilarilpoliglicólico, alquilsulfonatos, alquilsulfatos y arilsulfonatos
como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sul-
fito y metilcelulosa.

Las sustancias activas según el invento pueden
estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias ac-
25 tivas conocidas, tales como fungicidas, insecticidas y acaricidas.

1

Las formulaciones contienen, por lo general, entre 0,1 y 95 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,5 y 90 %.

5

Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, en forma de sus formulaciones o de las formas de aplicación preparadas de las últimas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados en estado listo para el uso. La aplicación se realiza en forma usual, por ejemplo por rociada, pulverización, espolvoreo, esparcimiento y riego.

10

Por lo general, las sustancias activas según el invento son suficientemente eficaces en concentraciones de entre 0,0001 y 0,05 %. En el empleo de preparaciones acuosas, las concentraciones de las sustancias activas pueden variar dentro de márgenes amplios y están entonces entre 0,005 y 2,0 %. Si las sustancias activas son aplicadas según procedimientos especiales de aplicación, por ejemplo según el procedimiento de volumen ultrabajo, las concentraciones de las sustancias activas son más altas, por ejemplo entre 20 y 80 %.

15

Las sustancias activas según el invento muestran también un efecto microbicida.

20

Las posibilidades de aplicación surgen de los siguientes ejemplos de aplicación:

25

1

Ejemplo A.

Ensayo de crecimiento de micelios

Medio de cultivo utilizado:

20 partes en peso de agar-agar

5

200 partes en peso de agua de cocimiento de papas (patatas)

5 partes en peso de malta

15 partes en peso de dextrosa

5 partes en peso de peptona

2 partes en peso de fosfato de disodio e hidrógeno

10

0,3 partes en peso de nitrato de calcio

Proporción de la mezcla de disolvente al medio de cultivo:

2 partes en peso de mezcla de disolvente

100 partes en peso de medio de cultivo de agar-agar

Composición de la mezcla de disolvente

15

0,19 partes en peso de acetona

0,01 partes en peso de emulsivo (éter alquilaril-poliglicólico)

1,80 partes en peso de agua

2,00 partes en peso de mezcla de disolvente.

20

Se mezcla la cantidad de sustancia activa necesaria para la deseada concentración de la sustancia activa en el medio de cultivo con la cantidad indicada del disolvente. Se mezcla bien el concentrado, en la relación cuantitativa indicada, con el medio de cultivo líquido enfriado hasta 42°C, y se vierte la mezcla en placas de Petri de un diámetro de 9 cm. Además, se preparan placas testigos sin la adición de la sustancia activa.

25

1 Una vez enfriado y sólido el medio de cultivo, las placas son inoculadas con las especies de hongos indicados en la tabla y son sometidas a la incubación a aproximadamente 21°C.

5 La evaluación es efectuada, según la velocidad del crecimiento de los hongos, al cabo de 4 a 10 días. En la evaluación se compara el crecimiento radial de los micelios sobre el medio de cultivo tratado con aquel sobre el medio de cultivo testigo. La clasificación del crecimiento de los hongos procede conforme a la siguiente escala:

- 1 = ningún crecimiento de los hongos
- 10 hasta 3 = inhibición muy fuerte del crecimiento
- hasta 5 = inhibición medio fuerte del crecimiento
- hasta 7 = inhibición débil del crecimiento
- 9 = crecimiento igual a aquel del testigo no tratado.

15 Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados se encuentran indicados en la siguiente tabla A:

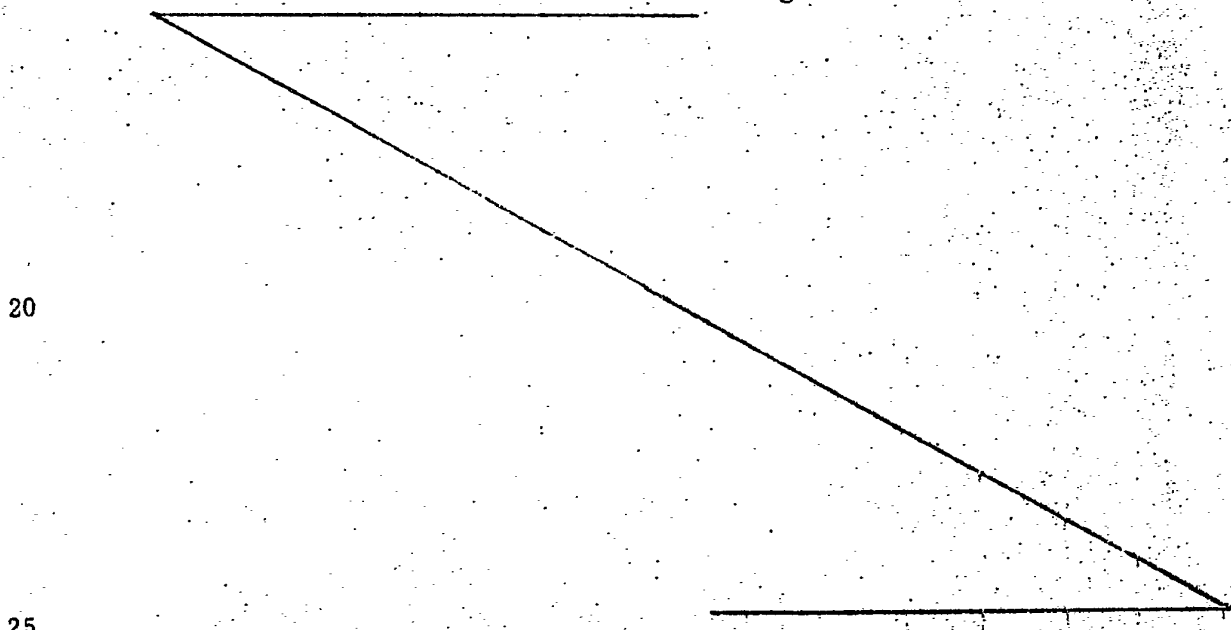


Tabla A.
Ensayo de crecimiento de micelios

Sustancias activas	concentración de la sustancia activa en %	Hongos y una bacteria													
		Rusarium culmorum	Sclerotinia sclerotiorum	Fusarium nivale	Colletotrichum coffeanum	Rhizoctonia solani	Pythium ultimum	Cochliobolus myabeanus	Botrytis cinerea	Verticillium albo-atrum	Pyricularia oryzae	Helminthosporium gramineum	Mycosphaerella muscola	Phytophthora cactorum	Pellicularia sasakii
$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{-NH-CS-S} \\ \\ \text{CH}_2\text{-NH-CS-S} \\ \text{(conocida)} \end{array}$	10	9	9	9	9	9	5	9	9	9	5	9	9	9	5
$\begin{array}{c} \text{Cl} \\ \\ \text{NH-CO-NH-CO-CH-CH}_2 \\ \\ \text{Br} \\ \\ \text{Cl} \end{array}$	10	5	1	5	3	1	1	5	5	-	2	2	1	5	1
$\begin{array}{c} \text{Cl} \\ \\ \text{NH-CO-NH-CO-CH-CH}_2 \\ \\ \text{Cl} \end{array}$	10	3	3	1	1	1	1	3	5	5	1	1	1	1	1
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{N-C-NH-C-CH-CH}_2 \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_6\text{H}_5 \quad \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	10	-	-	1	2	1	1	5	-	-	1	1	5	3	3

Tabla A.

Ensayo de crecimiento de hongos

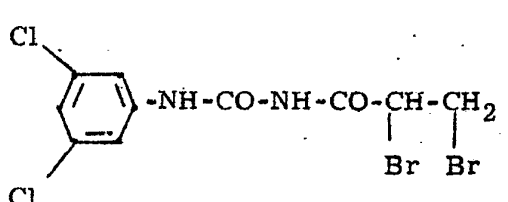
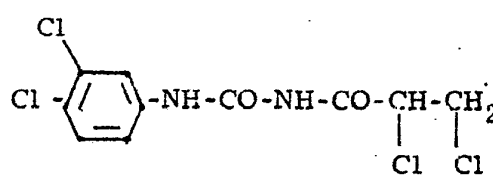
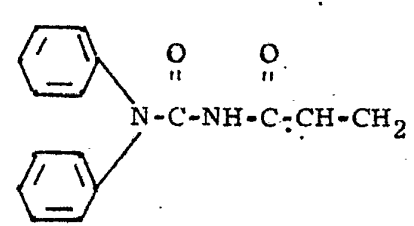
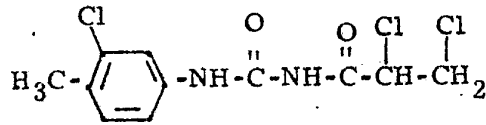
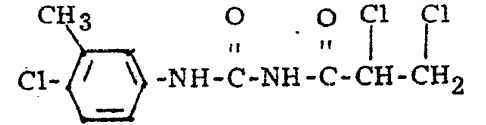
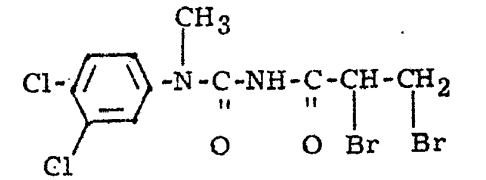
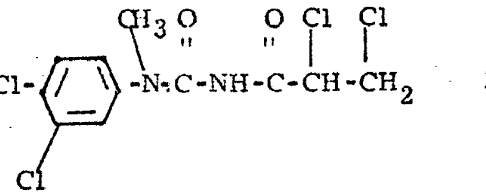
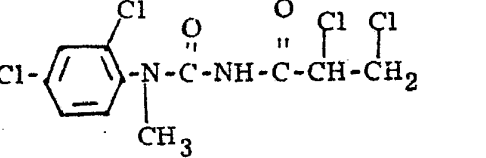
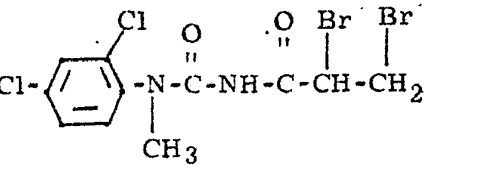
Sustancias activas	concentración de la sustancia activa en %	Hongos					
		Fusarium culmorum	Sclerotinia sclerotiorum	Fusarium nivale	Colletotrichum coffeanum	Rhizoctonia solani	Pythium
$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{-NH-CS-S} \\ \\ \text{CH}_2\text{-NH-CS-S} \end{array} \begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{Zn}$	10	9	9	9	9	9	5
$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{-NH-CS-S} \\ \\ \text{CH}_2\text{-NH-CS-S} \end{array} \begin{array}{l} \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{Zn}$	25	5	9	5	9	5	1
(conocida)							
	10	5	1	5	3	1	1
	10	3	3	1	1	1	1
	10	-	-	1	2	1	1

Tabla A. (continua)

Ensayo de crecimiento de mic...

Sustancias activas	concentración de la sustancia activa en %	Fusarium culmorum	Sclerotinia sclerotiorum	Fusarium nivale	Colletotrichum coffeanum	Rhizoctonia solani	Pythium
	10	1	1	1	1	1	1
	10	1	1	1	1	1	-
	10	-	3	-	2	1	1
	10	-	-	-	3	1	1
	10	-	5	-	1	1	1
	10	-	5	-	1	1	2

A. (continuación)

nto de micelios

	Hongos									
	Rhizoctonia solani	Pythium ultimum	Cochliobolus miyabeanus	Botrytis cinerea	Verticillium albo-atrum	Pyricularia oryzae	Helminthosporium gramineum	Mycosphaerella musicola	Phytophthora cactorum	Pellicularia sasakii
1	1	3	-	5	1	1	1	3	1	
1	-	2	5	-	3	5	3	1	1	
1	1	-	-	-	1	3	-	2	3	
1	1	5	-	-	1	1	5	1	1	
1	1	5	-	-	1	1	5	1	1	
1	2	-	-	-	1	1	-	1	1	

Tabla A. (continuación)

Ensayo de crecimiento de micelios

Sustancias activas	concentración de la sustancia activa en %	Ensayo de crecimiento de micelios						
		Fusarium culmorum	Sclerotinia sclerotiorum	Fusarium nivale	Colletotrichum coffeanum	Rhizoctonia solani	Pythium ultimum	Cochliobolus
<chem>Clc1ccc(Br)cc1NC(=O)NC(=O)C(Br)C(Br)C</chem>	10	1	-	5	1	1	2	-
<chem>Clc1ccc(Br)cc1NC(=O)NC(=O)C(Cl)C(Cl)C</chem>	10	1	1	5	1	1	2	-
<chem>Clc1ccc(C)cc1NC(=O)NC(=O)C(Br)C(Br)C</chem>	10	-	5	-	1	1	2	-
<chem>c1ccccc1NC(=O)NC(=O)C(Br)C(Br)C</chem>	10	1	3	1	1	1	1	-
<chem>Clc1ccccc1NC(=O)NC(=O)C(Br)C(Br)C</chem>	10	1	1	1	1	1	1	1
<chem>Clc1ccc(C)cc1NC(=O)NC(=O)C(Cl)C(Cl)C</chem>	10	1	1	1	1	1	1	1

tinuación)

de micelios

		Hongos								
solabi		Pythium ultimum	Cochliobolus miyabeanus	Botrytis cinerea	Verticillium alboatrum	Pyricularia oryzae	Helminthosporium gramineum	Mycosphaerella musicola	Phytophthora cactorum	Pellicularia sasakii
	2	-	-	5	1	1	1	1	1	1
	2	-	-	5	1	1	1	1	1	1
	2	-	-	-	1	1	-	1	1	1
1	1	-	5	3	1	1	2	1	1	1
1	1	5	1	1	-	1	1	1	1	1
1	1	1	-	5	1	1	1	1	1	1

Tabla A. (continuación)

Ensayo de crecimiento de micelios

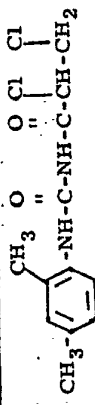
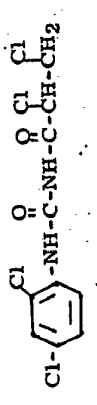
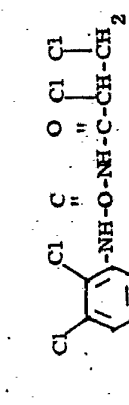
Sustancias activas	concentración de la sustancia activa en %	Hongos													
		Fusarium culmorum	Sclerotium sclerotiorum	Fusarium nivale	Colletotrichum coffeanum	Rhizoctonia solani	Pythium ultimum	Cochliobolus miyabeanus	Botrytis cinerea	Verticillium alboartrum	Pyricularia oryzae	Helminthosporium gramineum	Mycosphaerella muscicola	Phytophthora cactorum	Pellicularia sasakii
 <chem>Clc1ccc(NC(=O)CCl)cc1</chem>	10	1	1	1	1	1	1	5	-	-	1	1	3	1	1
 <chem>Clc1cc(NC(=O)CCl)cc(Cl)c1</chem>	10	-	1	1	1	1	3	-	-	5	1	1	2	1	1
 <chem>Clc1cc(NC(=O)CCl)cc(Cl)c1Cl</chem>	10	1	1	1	1	1	1	-	-	-	1	1	1	1	1

Tabla A. (contin)

Ensayo de crecimiento de miceli

Sustancias activas	concentración de la sustancia activa en %	Ensayo de crecimiento de miceli						
		Fusarium culmorum	Sclerotinia sclerotiorum	Fusarium nivale	Colletotrichum coffeanum	Rhizoctonia solani	Pythium ultimum	Hor
<chem>CC1=CC=C(C=C1)NC(=O)NC(=O)C(Cl)C(Cl)C</chem>	10	1	1	1	1	1	1	1
<chem>ClC1=CC=C(Cl)C=C1NC(=O)NC(=O)C(Cl)C(Cl)C</chem>	10	-	1	1	1	1	3	3
<chem>ClC1=CC=C(Cl)C=C1NOC(=O)NC(=O)C(Cl)C(Cl)C</chem>	10	1	1	1	1	1	1	1

1 a A. (continuación)

ento de micelios

Hongos										
solani	Pythium ultimum	Cochliobolus miyabeanus	Botrytis cinerea	Verticillium alboatrum	Pyricularia oryzae	Helminthosporium gramineum	Mycosphaerella musicola	Phytophthora cactorum	Pellicularia sasakii	
1	1	5	-	-	1	1	3	1	1	
1	3	-	-	5	1	1	2	1	1	
1	1	-	-	-	1	1	1	1	1	

Ejemplo B.

Ensayo con Fusicladium (manzano) / efecto protectorio.

Disolvente: 4,7 partes en peso de acetona,

Emulsivo: 0,3 partes en peso de éter alquilarilpoliglicólico,

Agua: 95,0 partes en peso

Se mezcla la cantidad de sustancia activa necesaria para la deseada concentración de la sustancia activa en el líquido de rociada, con la cantidad indicada del disolvente y se diluye el concentrado con la cantidad indicada de agua que contiene el aditivo mencionado.

La preparación líquida es rociada sobre manzanos jóvenes nacidos de semillas que se encuentran en su estado de desarrollo de 4 a 6 hojas, hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Las plantas permanecen durante 14 horas en un invernáculo a 20°C y a una humedad relativa del aire de 70 %. Subsiguientemente son inoculadas con una suspensión acuosa de conidias del hongo provocador de la costra de manzano (*Fusicladium dendriticum* Fuck.) y son sometidas a la incubación durante 18 horas en una cámara húmeda a 18-20°C y a una humedad relativa de aire de 100 %.

Las plantas vuelven a ser colocadas en el invernáculo por 14 días.

Al cabo de 15 días a contar de la inoculación, se determina el ataque en los manzanos nacidos de semillas en % de aquel en las plantas testigos no tratadas, pero también inoculadas,

0 % significa ningún ataque, 100 % significa que el ataque es exactamente igual a aquel en las plantas testigos.

1

Las sustancias activas, sus concentraciones

y los resultados se encuentran indicados en la siguiente tabla:

Tabla B.

Ensayo con Fusicladium (manzano) / efecto protectorio

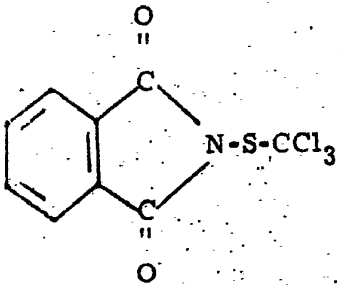
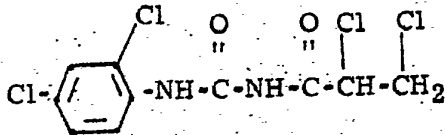
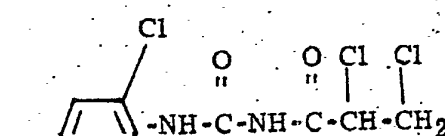
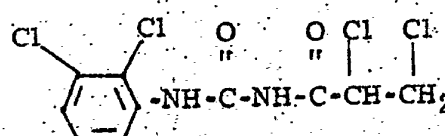
5	Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de	
		0,01 %	0,0025 %
10	 <p>(conocida)</p>	7	24
15		2	2
20		1	9
25		-	5

Tabla B.(continuación)

Ensayo con Fusicladium (manzano) / efecto protectorio

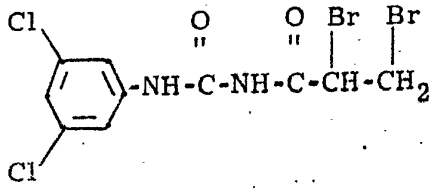
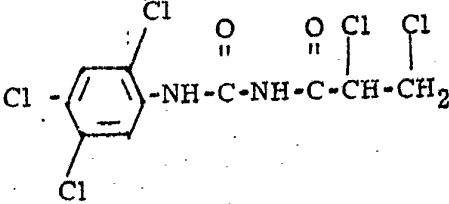
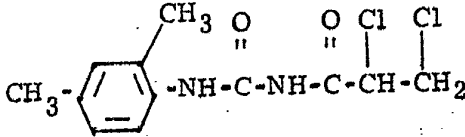
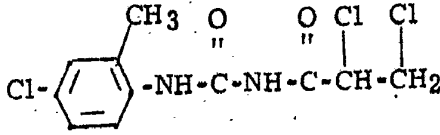
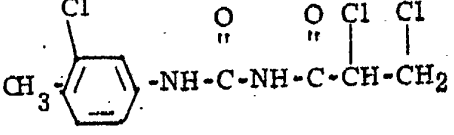
Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de	
	0,01 %	0,0025 %
	-	12
	0	16
	0	1
	0	1
	2	-

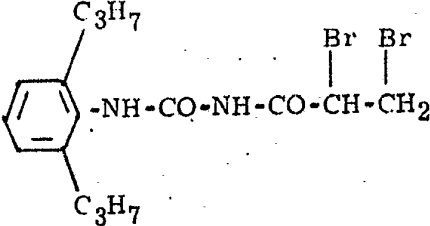
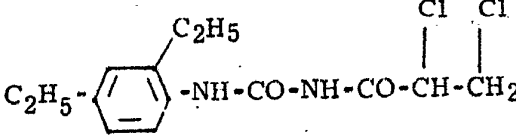
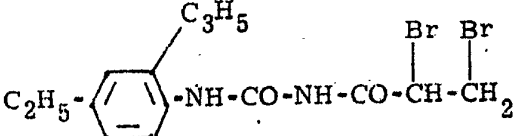
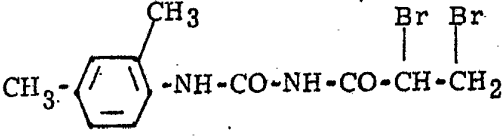
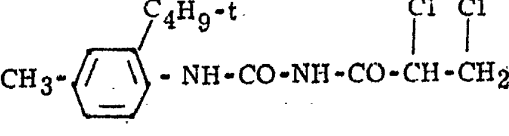
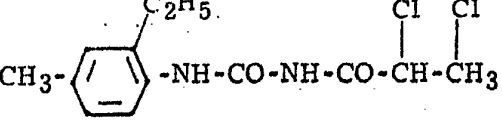
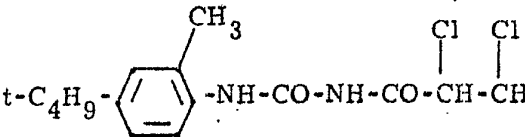
Tabla B. (continuación)

Ensayo con Fusicladium (manzano) / efecto protectorio

Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de	
	0,01 %	0,0025 %
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}(\text{Cl})-\text{CH}_2(\text{Cl}) \end{array} $	0	-
$ \begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5 \\ \\ \text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}(\text{Br})-\text{CH}_2(\text{Br}) \end{array} $	0	17
$ \begin{array}{c} \text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}(\text{Br})-\text{CH}_2(\text{Br}) \end{array} $	0	21

Tabla B. (continuación)

Ensayo con Fusicladium (manzano) / efecto protectorio

Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de 0,0025 %
	11
	2
	4
	2
	0
	0
	2

Ejemplo C.

1 Ensayo con *Phytophthora* (tomates) / efecto protector

Disolvente: 4,7 partes en peso de acetona

Emulsivo: 0,3 partes en peso de éter alquilarilpoliglicólico,

5 A agua: 95,0 partes en peso.

Se mezcla la cantidad de sustancia activa necesaria para la deseada concentración de la sustancia activa en el líquido de rociada, con la cantidad indicada del disolvente y se diluye el concentrado con la cantidad indicada de agua que contiene el aditivo mencionado.

10 Se rocía el líquido de rociada sobre plantas jóvenes de tomate en su estado de desarrollo de 2 a 6 hojas, hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Las plantas permanecen durante 14 horas en un invernáculo a 20°C y a una humedad relativa del aire de 70%. Subsiguientemente se inoculan las plantas de tomate con una suspensión acuosa de esporos de *Phytophthora infestans*. Entonces se colocan las plantas en una cámara húmeda con una humedad relativa del aire de 100% y una temperatura de 18 a 20°C.

15 Al cabo de 5 días, se determina el ataque en las plantas de tomate en % de aquel en las plantas testigos no tratadas, pero también inoculadas. 0% significa ningún ataque; 100% significa que el ataque es exactamente igual a aquel en las plantas testigos.

20 Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados se encuentran indicados en la siguiente tabla:

25

Tabla C. (continuación)

Ensayo con *Phytophthora* (tomates) / efecto protectorio

Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de 0,0031 %
$\text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{Br}}{\text{CH}}-\overset{\text{Br}}{\text{CH}_2}$	5
$\text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}_2}$	30
$\text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}_2}$	35
$\text{Br}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{Br}}{\text{CH}}-\overset{\text{Br}}{\text{CH}_2}$	1
$\text{Br}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Cl})-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}_2}$	5
$\text{CH}_3-\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}}-\overset{\text{Cl}}{\text{CH}_2}$	5

Tabla C. (continuación)

Ensayo con *Phytophthora* (tomates) / efecto protector

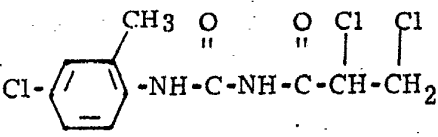
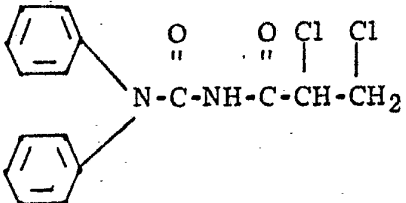
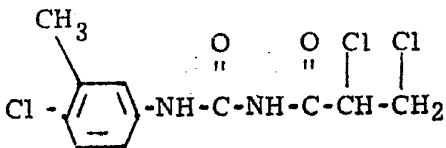
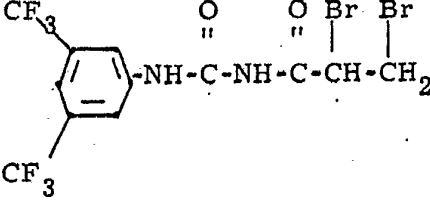
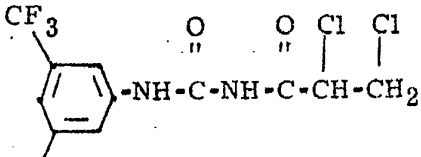
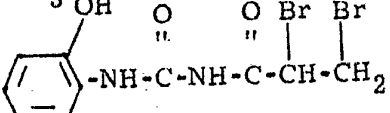
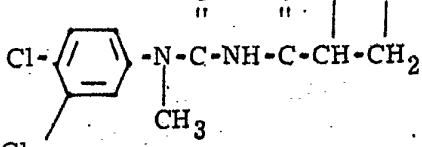
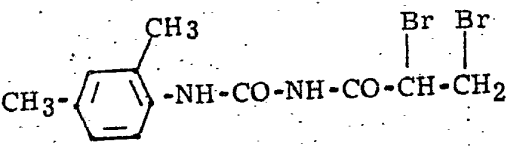
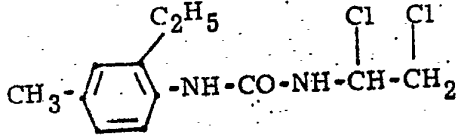
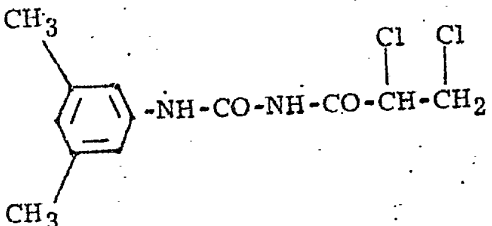
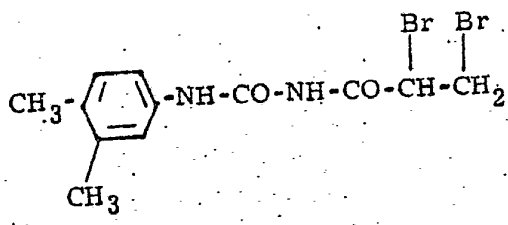
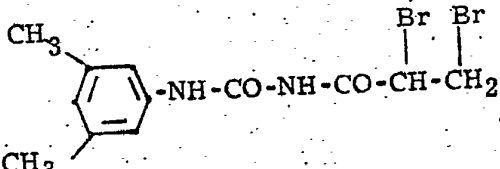
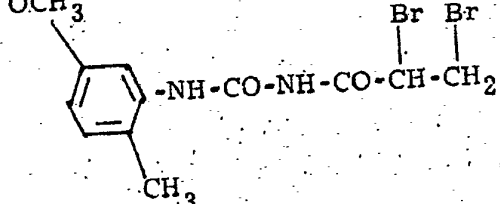
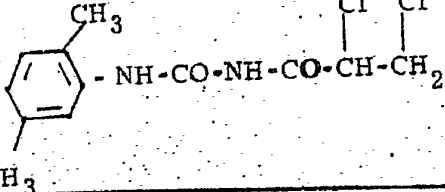
Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de 0,0031 %
	5
	16
	24
	0
	0
	22
	2

Tabla C. (continuación)

Ensayo con Phytophthora (tomates) / efecto protectorio

Sustancia activa	ataque en % a una concentración de la sustancia activa de 0,0031 %
 <chem>Cc1ccc(C)c(NC(=O)NCC(Br)Br)c1</chem>	24
 <chem>CCc1c(C)cccc1NC(=O)NCC(Cl)Cl</chem>	27
 <chem>Cc1cc(C)ccc1NC(=O)NCC(Cl)Cl</chem>	20
 <chem>Cc1cc(C)cc(NC(=O)NCC(Br)Br)c1</chem>	21
 <chem>Cc1cc(C)ccc1NC(=O)NCC(Br)Br</chem>	17
 <chem>Cc1ccc(OC)cc1NC(=O)NCC(Br)Br</chem>	26
 <chem>Cc1ccc(OC)cc1NC(=O)NCC(Cl)Cl</chem>	12

1

Ejemplo D.

Ensayo de tratamiento de brotes / herrumbre de cereales / efecto
protectivo (micosis destructora de hojas).

5

Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se incorporan 0,25 partes en peso de sustancia activa en 25 partes en peso de dimetilformamida y 0,06 partes en peso del emulsivo éter alquilarilpoliglicólico y se agregan 975 partes en peso de agua. Se diluye el concentrado con agua hasta la deseada concentración final del líquido de rociada.

10

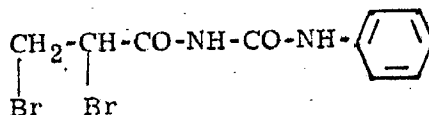
Para ensayar la eficacia protectora, se inoculan plantas jóvenes de trigo del tipo Michigan Amber en el estado de desarrollo de una hoja, con una suspensión de uredosporos de Puccinia recondita en un medio de cultivo acuoso de agar-agar al 0,1%. Después del secamiento de la suspensión de esporos, sobre las plantas de trigo se pulveriza la preparación de sustancia activa hasta su mojadura al grado de formación de rocío y, para la incubación, se las colocan para 15 24 horas en un invernáculo a una temperatura de aproximadamente 20°C y una humedad del aire al 100%.

20

Al cabo de 10 días de tiempo de espera de las plantas a una temperatura de 20°C y a una humedad del aire de 80-90%, se evalúa la existencia de pústulas de herrumbre en las plantas. El grado de ataque es expresado en % del ataque en las plantas testigos no tratadas, significando 0% ningún ataque y 100% el mismo grado de ataque que en las plantas testigos no tratadas. La sustancia activa es tanto más eficaz, 25 cuanto menor sea el ataque de herrumbre.

Ejemplos de Preparación

Ejemplo 1.



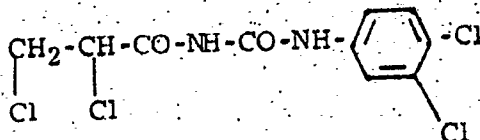
Una solución de 51 g (0, 2 moles) de isocianato de 2, 3-dibromo-propionilo en 200 cm³ de benceno es instilado en el transcurso de 15 a 30 minutos bajo agitación a 0-5°C en una solución de 18, 6 g (0, 2 moles) de anilina en 200 cm³ de benceno; subsiguientemente se agita todavía durante 15 minutos, se agrega aproximadamente igual volumen de éter de petróleo y se recoge por succión el producto de reacción precipitado y se lo lava con éter de petróleo. Se obtienen así 63 g de N-fenil-N'-(2, 3-dibromopropionil)-úrea del punto de fusión de 160 a 161°C. El rendimiento asciende a un 90 % de la teoría.

Preparación del producto previo:

100 g (1, 41 moles) de amida de ácido acrílico son disueltos en 1200 ml de cloroformo y a una temperatura de 0 a 5°C a la solución bajo agitación son agregados gota a gota 224 g (1, 41 moles) de bromo disueltos en 250 ml de cloroformo. La suspensión en formación es agitada durante otras 5 horas a 20°C. Subsiguientemente, bajo agitación ulterior, 270 g (2, 13 moles) de cloruro de oxalilo son agregados gota a gota y luego la mezcla de reacción es calentada hasta la ebullición y mantenida con reflujo a la temperatura de ebullición hasta que haya terminado el desarrollo de gas. Subsiguientemente, la mezcla de reacción es sometida a la destilación fraccionada; se obtienen así

1 220 g (61 % de la teoría) de isocianato de 2, 3-dibromo-propionilo del punto de ebullición de 73 a 75°C/2, 5 mm Hg.

Ejemplo 2.



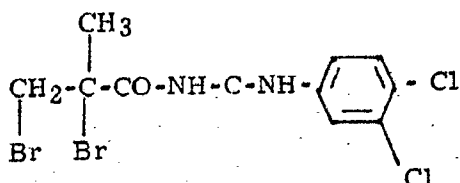
10 En una solución de 16, 0 g (0, 1 mol) de 3, 4-dicloro-anilina en 150 ml de benceno seco se instila a una temperatura de 0 a 5°C bajo enfriamiento una solución de 17, 0 g (0, 1 mol) de isocianato de 2, 3-dicloro-propionilo en 50 ml de nafta para lavar, separándose el producto de reacción por cristalización. Se agita todavía durante una hora a 20°C, se filtra, se lava con éter de petróleo y se seca. Se obtienen 25, 0 g de N-(3, 4-dicloro-fenil)-N'-(2, 3-dicloropropionil)-úrea del punto de fusión de 145 a 148°C bajo descomposición. El rendimiento asciende a un 76 % de la teoría.

15 Preparación del producto previo:

20 En una solución de 100 g (1, 41 moles) de amida de ácido acrílico en 1000 ml de cloroformo, bajo agitación a una temperatura de aproximadamente 0 a 5°C, se introducen 99 g (1, 40 moles) de cloro. Subsigüentemente se agita todavía durante 3 horas a unos 20°C y entonces se instilan bajo agitación ulterior 270 g (2, 13 moles) de cloruro de oxalilo. Subsigüentemente se calienta la solución a la temperatura de ebullición con reflujo, hasta que se haya terminado el desarrollo de gas. Por destilación fraccionada de la solución de reacción, se obtienen 172 g (72 % de la teoría) de isocianato de 2, 3-dicloro-propionilo del punto de ebullición de 38 a 41°C/1, 0 mm Hg.

25

1 Ejemplo 3.

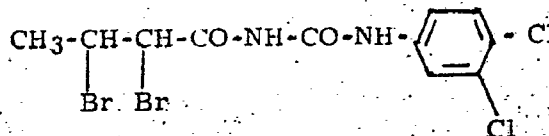


5 En una solución de 16,0 g (0,1 mol) de 3,4-dicloro-anilina en 250 ml de benceno seco se instila a 10°C una solución de 27,0 g (0,1 mol) de isocianato de 2,3-dibromo-2-metil-propionilo en 50 ml de nafta para lavar, separándose el producto de reacción por cristalización. Se agita todavía durante una hora a 20°C, se diluye con igual
10 volumen de éter de petróleo, se filtra y se seca. El rendimiento asciende a 39 g de N-(3,4-diclorofenil)-N'-(2,3-dibromo-2-metil-propionil)-úrea (90 % de la teoría) del punto de fusión de 202 a 204°C.

Preparación del producto previo:

15 En una solución de 100 g (1,17 moles) de amida de ácido metacrílico en 100 ml de cloroformo, a una temperatura de aproximadamente 0 a 5°C; bajo agitación se instila una solución de 189 g (1,18 moles) de bromo en 200 ml de cloroformo. La mezcla de reacción es agitada durante otras 3 horas a aproximadamente 20°C y subsiguientemente 228 g (1,8 moles) de cloruro de oxalilo son agregados gota a gota.
20 Luego se calienta con reflujo a la temperatura de ebullición, hasta que haya terminado el desarrollo de gas. Por destilación fraccionada, se obtienen 248 g de isocianato de 2,3-dibromo-2-metil-propionilo del punto de ebullición de 66 a 70°C/2,5 mm Hg. El rendimiento asciende a un 65 % de la teoría.

1 Ejemplo 4.

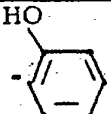

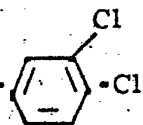

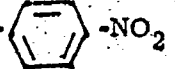
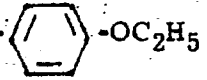
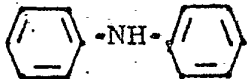
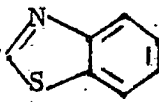
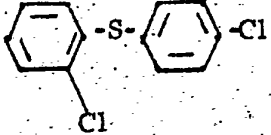


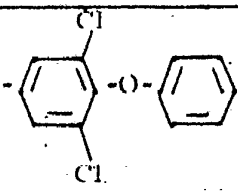
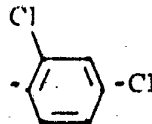

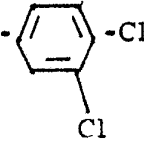
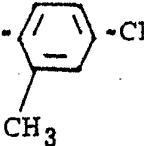


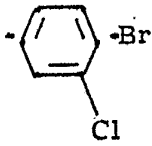
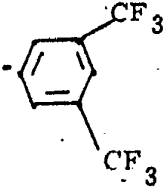
5 Se disuelven 16,0 g (0,1 mol) de 3,4-dicloro-anilina en 150 ml de diclorometano seco y a una temperatura de 0 a 5°C se instilan 27,0 g (0,1 mol) de isocianato de 2,3-dibromo-butirilo en 50 ml de diclorometano. Al cabo de poco tiempo, el producto de reacción se separa por cristalización. Se agita todavía durante 3 horas a 20°C, se diluye la mezcla de reacción con éter de petróleo, se filtra y se seca.
10 El rendimiento asciende a 38,0 g de N-(3,4-dicloro-fenil)-N'-(2,3-dibromo-butiril)-úrea del punto de fusión de 196 a 197°C bajo descomposición, esto es un 87 % de la teoría.

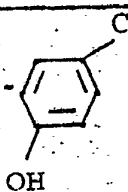
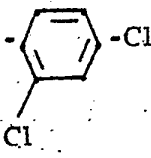
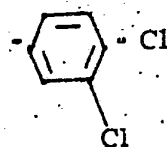
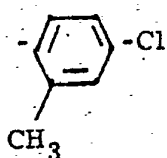
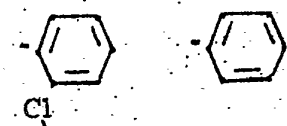

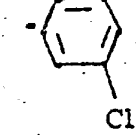
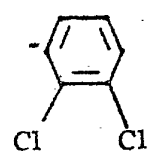
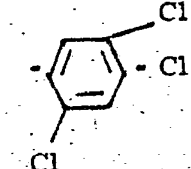
Preparación del producto previo:

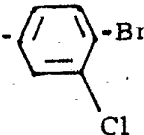
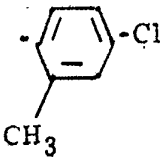
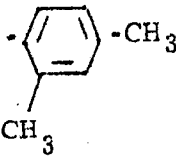
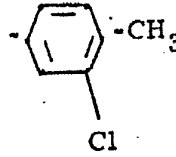
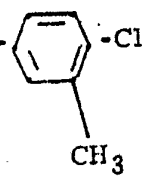
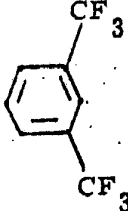
15 En una solución de 150 g (1,75 moles) de amida de ácido crotonico en 700 ml de cloroformo seco se instilan lentamente bajo agitación a una temperatura entre -10 y 0° 288 g (1,80 moles) de bromo. Subsiguientemente se agita todavía durante 3 horas a 20°C y entonces en el transcurso de una hora se agregan gota a gota 335 g
20 (2,62 moles) de cloruro de oxalilo. Subsiguientemente se calienta la mezcla de reacción con reflujo hasta que se haya terminado el desarrollo de gas. Por destilación fraccionada se obtienen 350 g (74 % de la teoría) de isocianato de 2,3-dibromobutirilo del punto de ebullición de 60 a 65°C/0,3 mm Hg como mezcla de las formas meso y racémica.

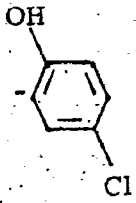
25

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
8	Br	H	H		H	163-164 (descomposición)
9	Br	H	H		H	162-163 (descomposición)
10	Br	H	H		H	174-175
11	Br	H	H		H	194-195 (descomposición)
12	Br	H	H		H	202-204 (descomposición)
13	Br	H	H		H	172-174
14	Br	H	H		H	138-142
15	Br	H	H		H	216-218
16	Br	H	H		H	150-151

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
17	Br	H	H		H	202-204 (descomposición)
18	Br	H	H		H	174-176
19	Br	H	CH ₃		H	129-132
20	Br	H	H		CH ₃	140-145 (descomposición)
21	Br	H	H		CH ₃	108-110
22	Br	H	H			114-117
23	Br	H	H		H	180-182 (descomposición)
24	Br	H	H		H	174-176

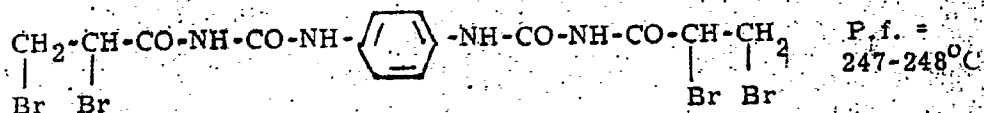
Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
25	Br	H	H		H	188-190 (descomposición)
26	Cl	H	H		CH ₃	124-125 (descomposición)
27	Cl	H	H		CH ₃	140-143 (descomposición)
28	Cl	H	H		CH ₃	94-96
29	Cl	H	H			115-117 (descomposición)
30	Cl	H	H		H	176
31	Cl	H	H		H	195-196
32	Cl	H	H		H	180-182

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
33	Cl	H	H		H	169-170 (descomposición)
34	Cl	H	H		H	147-149
35	Cl	H	H		H	111-113
36	Cl	H	H		H	130-131
37	Cl	H	H		H	152-153
38	Cl	H	H		H	174-176

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
39	Cl	H	H		H	177-179

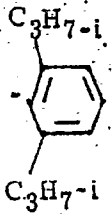
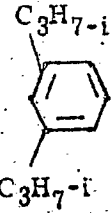
Además fué preparada:

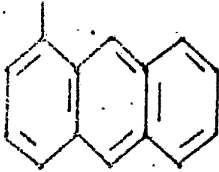
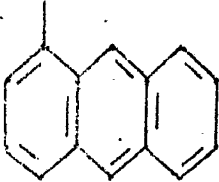
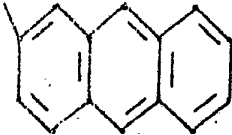
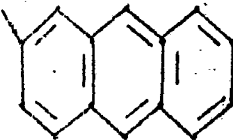
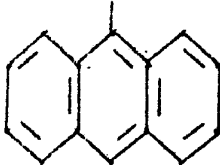
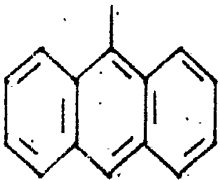
Ejemplo 40.

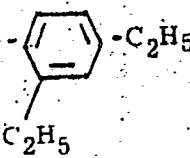
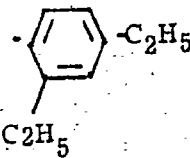

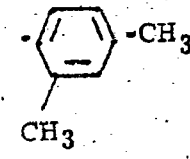
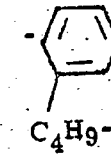
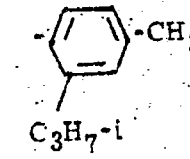
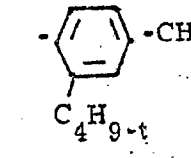


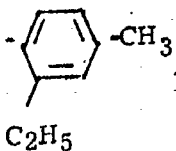
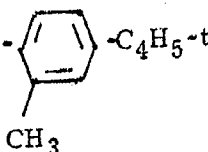
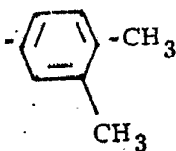
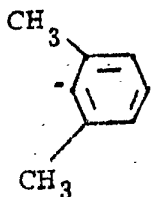
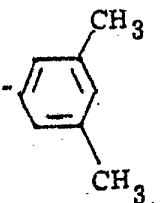
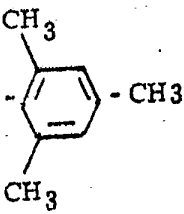
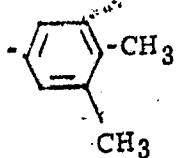
Además fueron preparados todavía los siguientes:

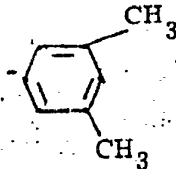
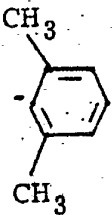
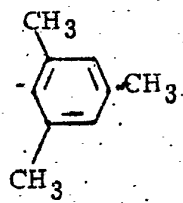
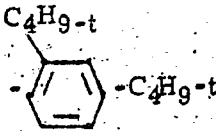
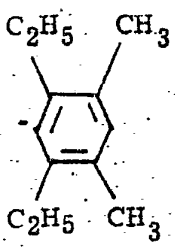

compuestos de la fórmula general (1):

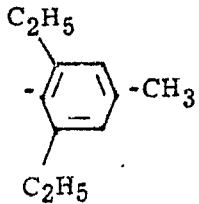
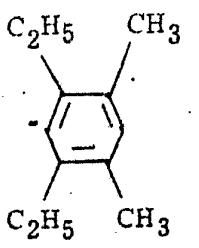
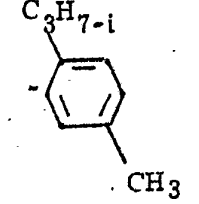
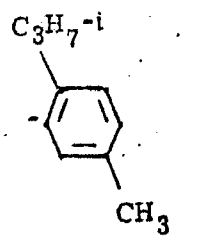
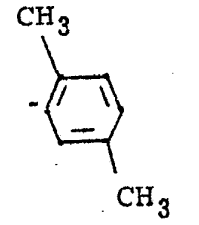
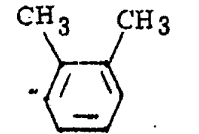
Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
41	Cl	H	H		H	200 (descomposición)
42	Br	H	H		H	206-208 (descomposición)


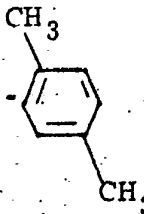
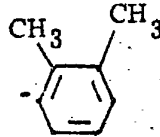
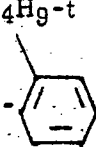
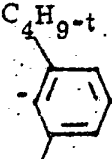
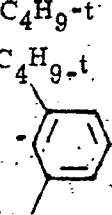
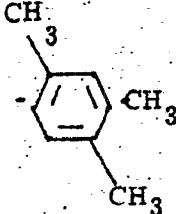
Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P. f. (°C)
43	Cl	H	H		H	193-194 (descomposición)
44	Br	H	H		H	202-204 (descomposición)
45	Cl	H	H		H	201 (descomposición)
46	Br	H	H		H	206 (descomposición)
47	Cl	H	H		H	201 (descomposición)
48	Br	H	H		H	200 (descomposición)

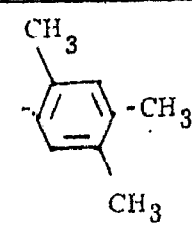
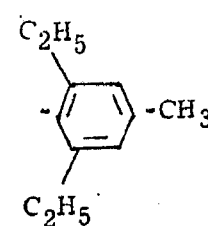
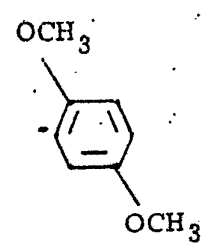
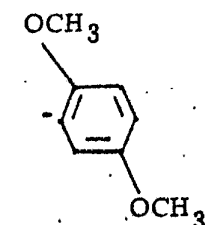
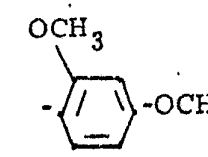
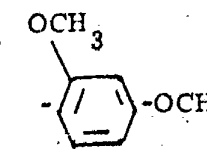
Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
49	Cl	H	H		H	116-117
50	Br	H	H		H	147-149 (descomposición)
51	Cl	H	H		H	141-143 (descomposición)
52	Br	H	H		H	148-150 (descomposición)
53	Br	H	H		H	166-167 (descomposición)
54	Cl	H	H		H	147-150 (descomposición)
55	Cl	H	H		H	133-134

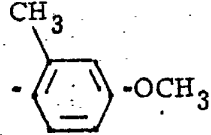
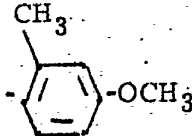
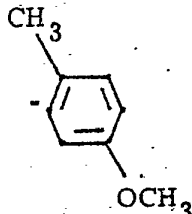
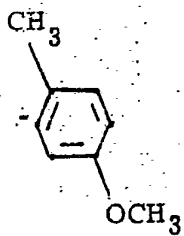
Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
56	Cl	H	H		H	119-121
57	Cl	H	H		H	172-174
58	Cl	H	H		H	119-122
59	Cl	H	H		H	173 (descomposición)
60	Cl	H	H		H	124-128
61	Cl	H	H		H	165-167 (descomposición)
62	Br	H	H		H	144-146

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
63	Br	H	H		H	163-165
64	Br	H	H		H	202
65	Br	H	H		H	202
66	Cl	H	H		H	145-147
67	Cl	H	H		H	188 (descomposición)
68	Cl	H	H		C ₄ H ₉ -t	94-97

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
69	Cl	H	H	 <p>Chemical structure: 1,3,5-triethylbenzene (mesitylene derivative). A benzene ring with ethyl groups (C₂H₅) at positions 1, 3, and 5, and a methyl group (-CH₃) at position 4.</p>	H	164-166 (descomposición)
70	Br	H	H	 <p>Chemical structure: 1,2,4-trimethyl-3-ethylbenzene. A benzene ring with ethyl groups (C₂H₅) at positions 1 and 3, and methyl groups (CH₃) at positions 2 and 4.</p>	H	197-200
71	Br	H	H	 <p>Chemical structure: 1-(3-ethylphenyl)ethane. A benzene ring with an isopropyl group (C₃H_{7-i}) at position 1 and a methyl group (CH₃) at position 3.</p>	H	159-161
72	Cl	H	H	 <p>Chemical structure: 1-(3-isopropylphenyl)ethane. A benzene ring with an isopropyl group (C₃H_{7-i}) at position 1 and a methyl group (CH₃) at position 3.</p>	H	142-145
73	Cl	H	H	 <p>Chemical structure: 1-(2,4-dimethylphenyl)ethane. A benzene ring with methyl groups (CH₃) at positions 2 and 4, and an ethyl group (C₂H₅) at position 1.</p>	H	165-167 (descomposición)
74	Cl	H	H	 <p>Chemical structure: 1-(2,6-dimethylphenyl)ethane. A benzene ring with methyl groups (CH₃) at positions 2 and 6, and an ethyl group (C₂H₅) at position 1.</p>	H	152-155 (descomposición)

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
75	Br	H	H		C ₄ H ₉ -t	116-119
76	Br	H	H		H	182-184
77	Br	H	H		H	187-189
78	Br	H	H		C ₄ H ₉ -t	177-179
79	Cl	H	H		H	208-210 (descomposición)
80	Br	H	H		H	222-225
81	Cl	H	H		H	138-141

Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P.f. (°C)
82	Br	H	H		H	181-182
83	Br	H	H		H	192-195
84	Cl	H	H		H	145-147
85	Br	H	H		H	150-152
86	Cl	H	H		H	140-142
87	Br	H	H		H	160-164

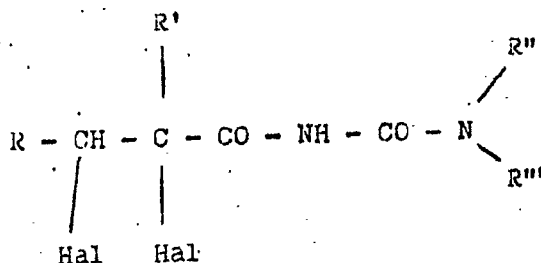
Ejemplo No.	Hal	R	R'	R''	R'''	P. f. (°C)
88	Br	H	H		H	127-130
89	Cl	H	H		H	133-135
90	Br	H	H		H	149-152
91	Cl	H	H		H	121-125

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente

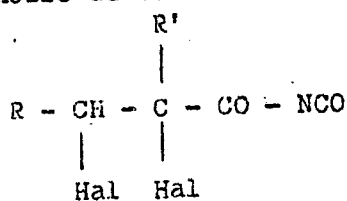
1 indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en
cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

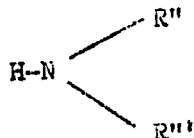
5 1.- Procedimiento para preparar 2,3-dihaloge-
no-alcancil-úreas, de fórmula



10 en la que R y R' son hidrógeno o alquilo, R'' es arilo o he-
teroarilo, pudiendo estos radicales estar eventualmente
sustituídos, R''' es hidrógeno, alquilo eventualmente sustitui-
do, cicloalquilo, bencilo o arilo, y Hal es cloro o bromo;
15 caracterizado porque se hace reaccionar isocianatos de 2,3-
dihalógeno-alcancilo de fórmula



20 en la cual R, R' y Hal tienen los significados arriba indi-
cados, con una amina primaria o secundaria de fórmula general:



25 en la cual R'' y R''' tienen los significados arriba indica-
dos, en presencia de disolventes inertes, a temperaturas

1 entre -20 y + 100°C, con preferencia entre -10 y + 50°C.

2.- Procedimiento para preparar 2,3-dihaloge-
no-alcanoil-úreas, tal y como queda sustancialmente descrito
en la presente Memoria.

5 Esta Memoria consta de 52 hojas escritas a
máquina por una sola cara.

18 MAR. 1976

Madrid,

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

L. GOMEZ ACÉBU Y GOMEZ
D. P. Firmado: L. GOMEZ ACÉBU

