



ESPAÑA

10	ES	11	NUMER	10	A1
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			446388		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	563.279		28 de marzo de 1.975		EE.UU. de A.
	647.963 C.I.P.		9 de enero de 1.976.		EE.UU. de A.
	563.280		28 de marzo de 1.975		EE.UU. de A.
	647.962 C.I.P.		9 de enero de 1.976		EE.UU. de A.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			CO7D/A01N		

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR N-HALO SUSTITUIDO-2-PIRROLIDONAS

71	SOLICITANTE (S)
	STAUFFER CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	1200 S.47th St. Richmond, California 94804, EE.UU. de A.

72	INVENTOR (ES)
	Eugene Gordon Teach-

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. JAIME GOMEZ-ACEBO

en la que X es hidrógeno, cloro o metilo; Y es hidrógeno, cloro o bromo; Z es cloro o bromo; R₂ es alquilo o hidrógeno; R es hidrógeno, alquilo, acetilo, cloro, bromo, fluor, yodo, trifluormetilo, nitro, ciano, alcoxi, alquiltio, alquilsulfonilo, alquilsulfonilo, trifluormetiltio, trifluormetilsulfinilo, trifluormetilsulfonilo, pentafluorpropionamido o 3-metilureido; y R₁ es hidrógeno, alquilo, cloro o trifluormetilo.

En la descripción anterior, se establecen las siguientes formas de realización preferidas para los diversos grupos sustituyentes:

alquilo inferior incluye preferiblemente, a menos que se diga lo contrario, aquellos miembros que contienen de 1 a 6 átomos de carbono inclusive, tanto en configuración de cadena recta como ramificada, por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, amilo, isoamilo, hexilo e isohexilo y similares;

por el término "haloalquilo" se quiere dar a entender aquellos miembros alquílicos anteriormente descritos que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, teniendo además 1 ó más sustituyentes halógeno tal como mono, di, tri, tetra y per fluor, cloro, bromo o yodo;

alqueno incluye preferiblemente, a menos que se especifique lo contrario, aquellos miembros que contienen al menos un doble enlace olefínico y contienen de 3 a 6 átomos de carbono inclusive, por ejemplo alilo, metililo, etalilo, 1-butenilo, 3-butenilo, 2-metil-1-butenilo, 1-pentenilo, 2-pentenilo, 3-pentenilo, 2-metil-1-pentenilo, 1-hexenilo, 2-hexenilo, 3-hexenilo y similares;

cicloalquilo incluye preferiblemente de 3 a 7 átomos de carbono inclusive, por ejemplo ciclopropilo, ciclobutilo, ciclo-

pentilo, ciclohexilo y similares;
cicloalquilalquilo incluye preferiblemente aquellos miembros
que tienen un contenido total en carbono de 4 a 8 átomos de
carbono inclusive, incluyendo por ejemplo ciclopropilmetilo,
5 ciclopropilhexilo, ciclobutilmetilo, ciclopentilmetilo, ciclo-
hexilmetilo y similares.

Para los diversos grupos sustituyentes que
tienen alquilo o un miembro alquilo como en alcoxi, alquiltio,
alquilsulfinilo o alquilsulfonilo, y a menos que se especi-
10 fique lo contrario, se incluyen aquellos miembros que contienen
de 1 a 4 átomos de carbono inclusive, tanto en configuración
de cadena recta como ramificada, por ejemplo metilo, etilo,
n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo y similares.

Como consecuencia de la presencia de centros
15 de carbono asimétricamente sustituidos en algunos de los com-
puestos que caen dentro del alcance de esta invención, se
establece que existe la posibilidad de isomerismo cis- trans
o geométrico. Dichos isómeros cis-trans son estereoisómeros
cuyas estructuras difieren solo con respecto a la disposición
20 de ciertos átomos o grupos "rigidamente" situados con respecto
a un plano específico de referencia. El plano de referencia
es aquí el anillo pirrolidinona. En la especificación de las
configuraciones cis-trans en un compuesto monocíclico, se
considera cualquiera de las posiciones del anillo que tienen
25 grupos no idénticos para asignar las configuraciones relati-
vas.

Utilizando la connotación gráfica para la re-
presentación de estas posiciones relativas en las fórmulas
estructurales, el sistema de anillo pirrolidinona se considera
30 plano. Los átomos o grupos a considerar se describen como cis

cuando se encuentran en el mismo lado del plano y como trans cuando se encuentran en lados opuestos del plano (Véase Gilman's, Organic Chemistry, Vol. I, p.477).

5 Se ha encontrado que los compuestos obtenidos por el procedimiento de esta invención son unos herbicidas activos de tipo general. Es decir, se ha encontrado que miembros de la clase de compuestos obtenidos por la invención son eficaces herbicidamente contra una amplia gama de especies de plantas. Por lo tanto, se pueden emplear en un método de control de vegetación indeseable que comprende aplicar una cantidad 10 herbicidamente eficaz de los compuestos antes descrito al área o lugar de las plantas cuyo control se desea.

El término herbicida se emplea en esta memoria para representar un compuesto que controla o modifica el crecimiento de plantas. Para el término "cantidad controladora 15 del crecimiento" se quiere dar a entender una cantidad de compuesto que causa un efecto modificante sobre el crecimiento de las plantas. Dicho efecto modificante incluye todas las desviaciones del desarrollo natural, por ejemplo, destrucción, retardo, desfoliación, desecación, regulación, encanijado, producción de retoños, estimulación, achicamiento y similares. 20 Por el término "plantas" se quiere dar a entender semillas germinantes, germinaciones en brote y vegetación establecida, incluyendo las raíces y porciones que se encuentran debajo de tierra. 25

Los intermediarios para la preparación de las N-haloaromáticomonocíclico-2-pirrolidinona son las N-alquenil-haloacilanilidas insaturadas obtenidas por acilación de las N-alquenilanilidas insaturadas adecuadas. Dichas anilidas, que 30 se encuentran disponibles en el comercio, se pueden preparar a partir de diversos métodos indicados en varias fuentes de li-

teratura química y en diversas revistas al respecto tal como "Synthetic Organic Chemistry" de Wagner and Zook, Capítulo 24, John Wiley and Sons, New York, 1961. En los siguientes ejemplos, se describe un ejemplo específico para la preparación del intermediario N-alquenilhaloacilanilida insaturada.

Las N-halosustituído-2-pirrolidinonas aromáticas monocíclicas se preparan por diversos métodos diferentes, en función de la naturaleza de los materiales de partida y productos deseados. Un método preferido, no descrito hasta el presente o desconocido en la técnica anterior, consiste en la reacción de transposición de una haloacilamida que contiene N-alqueno en presencia de una cantidad catalítica de ión ferroso. El empleo de un disolvente es conveniente para facilitar el procesado de la reacción y auxiliar la agitación al proporcionar un volumen adecuado, así como para la solubilización de los reactantes. Los disolventes preferidos incluyen aquellos que son de elevado punto de ebullición y que no interfieren con la reacción, por ejemplo dimetiléter de dietilenglicol, dimetilformamida, dimetilacetamida, dimetilsulfóxido, mesitileno y similares. Las fuentes catalíticas de ión ferroso se pueden proporcionar a partir de varios reactivos, por ejemplo, cloruro ferroso, bromuro ferroso, metal hierro, ferroceno, acetnilacetato ferroso y similares.

Los intermediarios para la preparación de las N-halosustituído-2-pirrolidinonas son las haloacilamidas insaturadas obtenidas por acilación de las aminas insaturadas apropiadas. Las aminas insaturadas, que no pueden encontrarse en el comercio, pueden prepararse por métodos registrados en diversas fuentes de literatura química y en varias revistas al respecto tal como "Synthetic Organic Chemistry" de Wagner and

Zook, Capítulo 24, John Wiley and Sons, New York, 1961. En los siguientes ejemplos, se describe un ejemplo específico para la preparación de una haloacilamida insaturada intermedia.

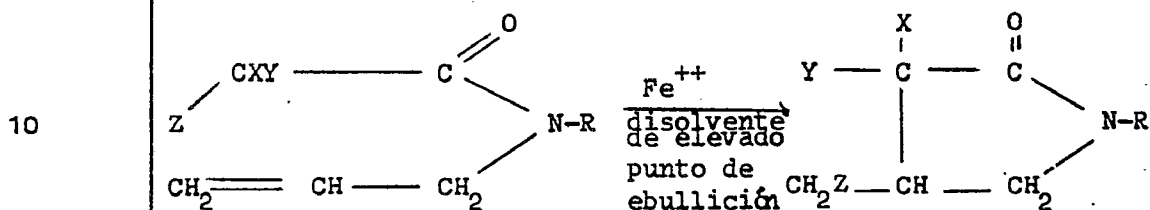
5 Las N-halosustituído-2-pirrolidinonas acíclicas y alicíclicas se preparan por diversos métodos diferentes, en función de la naturaleza de los materiales de partida y productos deseados.

10 Un método preferido no descrito hasta el presente o desconocido por la técnica anterior, consiste en la reacción de transposición de una haloacetamida conteniendo N-alquenilo en presencia de una cantidad catalítica de ión ferroso. El empleo de un disolvente es conveniente para facilitar el procesado de la reacción y auxiliar la agitación al proporcionar un volúmen adecuado, así como para la solubilización
15 de los reactantes. Los disolventes preferidos incluyen aquellos que son de elevado punto de ebullición y que no interfieren con la reacción, por ejemplo, dimetiléter de dietilenglicol, dimetilformamida, dimetilacetamida, dimetilsulfóxido, mesitileno y similares. Las fuentes catalíticas de ión ferroso se
20 pueden proporcionar a partir de diversos reactivos, por ejemplo, cloruro ferroso, bromuro ferroso, hierro metálico, ferroceno, acetnilacetato ferroso y similares.

25 Puesto que la reacción es una transposición de la haloacilamida insaturada en presencia de una cantidad catalítica de ión ferroso, no constituye un factor crítico la cantidad de reactivos. La reacción se efectúa preferiblemente a temperaturas de reflujo. Las temperaturas para la reacción se definen mejor entre la temperatura ambiente y la de reflujo para el disolvente, si acaso se utiliza. Con preferencia, la
30 temperatura de reacción es de 50 a 190°C aproximadamente, más

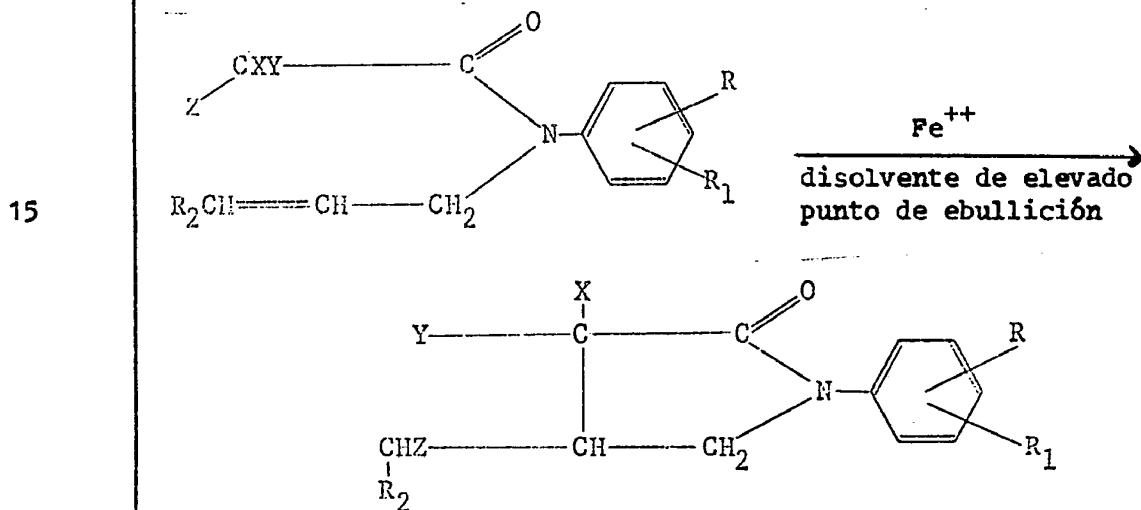
preferiblemente de 125 a 170°C aproximadamente. A temperaturas elevadas, la reacción como anteriormente se ha descrito procede rápidamente para producir el producto deseado. En cada caso, y una vez completa la reacción, la recuperación se efectúa mediante los métodos normales de elaboración, tales como cristalización, sublimación, destilación y análogos.

En general, la reacción para los compuestos N-sustituídos acíclicos y alicíclicos de esta invención, se puede representar por la siguiente ecuación:



en donde X, Y, Z y R se definen como anteriormente.

Generalmente, la reacción para los compuestos N-sustituídos monocíclicos o fenílicos de esta invención se puede representar por la siguiente ecuación:



en donde X, Y, Z, R, R₁ y R₂ se definen como anteriormente.

Los compuestos de la presente invención y sus intermediarios se ilustran más particularmente en los siguientes ejemplos que describen la preparación de los mismos. A continuación de los ejemplos se encuentra una tabla de compuestos que se preparan según los procedimientos aquí descritos.

EJEMPLO A

Preparación de la N-alil-N-butil-dicloroacetamida intermedia a partir de alil-n-butilamina

Preparación de alil-n-butilamina. Se disuelven 50 g de N-alilbutiramida, preparada por reacción de alilamina con cloruro de butirilo, en 100 ml de benceno y se introduce gota a gota en una solución agitada de 168 g de bis(2-metoxietoxi)aluminio-hidruro de sodio (Red Al) [®] en 300 ml de benceno, a reflujo, bajo una atmósfera de nitrógeno. El reflujo se mantiene durante 1 hora después de completarse la adición, tras la cual la mezcla se enfría y se añade gota a gota a una solución preparada a partir de 200 ml de hidróxido sódico al 50 % y 300 g de hielo triturado. La capa acuosa se extracta con tres porciones de 100 ml de benceno y los extractos bencénicos combinados se secan sobre sulfato de magnesio y se convierte el producto al hidrocloreuro con un exceso de ácido clorhídrico etéreo al 20 %. La sal hidrocloreuro se filtra y se seca. El rendimiento es de 35,4 g y la sal se utiliza sin ulterior purificación.

Preparación de N-alil-N-butil-dicloroacetamida.

Se añaden 10,5 g de hidrocloreuro de alil-n-butilamina a 100 ml de cloruro de metileno seguido por 14,5 g de trietilamina. La mezcla se agita en un baño de agua a temperatura ambiente mientras se añade gota a gota 10,4 g de cloruro de dicloro-

acetilo y se continúa la agitación durante 30 minutos una vez completada la adición. La mezcla se lava y el disolvente se separa bajo vacío. El rendimiento es de 13 g, n_D^{30} 1,4603. El producto intermedio se utiliza sin purificación adicional para preparar el compuesto No. 12 (ejemplo 7).

EJEMPLO 1

Preparación de N-alil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

Se mezclan 20,8 g de N,N-dialildicloroacetamida con 25 g de dimetiléter de dietilenglicol (diglima), se añade 1 g de cloruro ferroso ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$) y la mezcla se calienta a reflujo durante 30 minutos. La conversión se controla por la aparición de una nueva cresta carbonilo en aproximadamente 5,8 micras en el infrarrojo. Se añade 1 g más de cloruro ferroso ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$) y se continúa el calentamiento durante 30 minutos más. La mezcla de reacción se diluye con cloruro de metileno, se lava con agua y se seca y separa. El producto líquido de color oscuro se destila bajo vacío para dar 8,4 g de un aceite amarillo claro, p.e. 124-127°C. a 0,25 mm; $n_D^{30} = 1,4850$.

El espectro RMN de protones y carbono-13 indican que el producto es una mezcla de isómeros cis y trans con una relación 2:1 de cis a trans.

EJEMPLO 2

Preparación de 1-alil-3-bromo-4-bromometil-2-pirrolidinona

Se añaden 10,9 g de N,N-dialildibromoacetamida a 15 ml de diglima seguido por 1 g de bromuro ferroso anhidro. La mezcla se calienta a reflujo y la conversión a pirrolidona se comprueba por GLPC. Una vez completa la conversión, el producto se diluye con cloruro de metileno, se lava con agua, se seca sobre sulfato de magnesio anhidro y se trata con gel de

sílice para retirar el material alquitranoso.

El disolvente se separa bajo vacío para dar 8,1 g de producto, $n_D^{30} = 1,5350$.

EJEMPLO 3

5 Preparación de N-alil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
tiona

Se disuelven 6,2 g de N-alil-3-cloro-4-cloro-
metil-2-pirrolidinona en 100 ml de cloruro de metileno y se
añaden 10 g de pentasulfuro de fósforo en dos porciones de
10 5 g, separadas en 1 hora, mientras que la mezcla se deja agi-
tar a temperatura ambiente durante la noche. La mezcla se fil-
tra para separar sólidos y se separa para proporcionar 5 g
de líquido conteniendo algo de precipitado sólido. Este se
recibe en pentano, se filtra para separar sólidos y se separa.
15 Se obtienen 3 g del producto, un aceite, $n_D^{30} = 1,5487$. El
examen del espectro infrarrojo demuestra casi ninguna absor-
ción de grupos carbonilo en aproximadamente 5,8 micras.

EJEMPLO 4

20 Preparación de N-propil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

Este compuesto se puede preparar por la trans-
posición de N-alil-N-propildicloroacetamida o por reducción de
N-alil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona como a continua-
ción se indica.

Se disuelven 20,8 g de N-alil-3-cloro-4-cloro-
25 metil-2-pirrolidinona en 150 ml de etanol y se añaden 150 mg
de óxido de platino. La mezcla se sacude bajo gas nitrógeno
a 3,36 kg/cm² hasta que se completa la absorción de hidrógeno
(22 minutos). La mezcla se trata con unos cuantos gramos de
Dicalite y se filtra para separar el catalizador y el disol-
30 vente se separa bajo vacío. El rendimiento es de 21 g de pro-

ducto, n_D^{30} 1,4748.

EJEMPLO 5

Preparación de N-bencil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

5 Se disuelven 11,1 g de N-alil-N-bencil-dicloroacetamida en 12 ml de diglima y se añade 1 g de cloruro ferroso anhidro. La mezcla se calienta a reflujo bajo nitrógeno hasta completarse la conversión a la pirrolidinona; tal y como se indica por GLPC. La mezcla se diluye con cloruro de metileno, se lava con ácido clorhídrico al 5 %, se separa, se seca sobre sulfato de magnesio anhidro, se trata con carbón activado y Florisil y se separa bajo vacío. El rendimiento es de 6 g del compuesto del título, n_D^{30} 1,5387.

EJEMPLO 6

15 Preparación de N-ciclopropilmetil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

Se disuelven 12,1 g de N-alil-N-ciclopropilmetildicloroacetamida en 15 ml de diglima y se añade 1 g de cloruro ferroso anhidro. La mezcla se calienta a reflujo bajo una atmósfera de nitrógeno durante 25 minutos y la conversión se comprueba mediante GLPC. Una vez completa la conversión, se separa la diglima bajo vacío y la mezcla se disuelve en benceno, se lava con ácido clorhídrico al 5 %, se separa, se seca sobre sulfato de magnesio anhidro, se trata con carbón activo, se filtra a través de Florisil y el disolvente se separa bajo vacío. El rendimiento es de 8,8 g de producto, n_D^{30} 1,4922.

EJEMPLO 7

30 Preparación de N-butil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

Se disuelven 11 g de N-alil-N-butildicloroacetamida en 15 ml de diglima y se añade 1 g de cloruro ferroso

anhidro. La mezcla se calienta a reflujo en una atmósfera de nitrógeno durante 25 minutos y la conversión se controla mediante cromatografía de distribución gas-líquido (GLPC). La diglima se separa bajo vacío y la mezcla se diluye con benceno, se lava con ácido clorhídrico al 5 %, se seca sobre sulfato de magnesio anhidro y se trata con carbón activo para separar subproductos alquitranosos y se filtra a través de Florisil. El disolvente se separa bajo vacío para dar 8,1 g de producto, n_D^{30} 1,4731.

EJEMPLO B

Preparación de la N-alil-m-trifluormetilaniлина intermedia a partir de m-trifluormetilacetanilida

Preparación de N-alil-m-trifluormetilaniлина.

Se prepara la m-trifluormetilacetanilida a partir de anilida por reacción con anhídrido acético. Se disuelven 192 g de la acetanilida en 300 ml de tetrahydrofurano (THF) y se añade gota a gota, con agitación, a una lechada de hidruro sódico. 24 g en 200 ml de THF bajo una atmósfera de nitrógeno a temperatura ambiente. Una vez cesado el desprendimiento de hidrógeno, se añaden 121 g de bromuro de alilo y la mezcla se deja refluir durante 1 hora y se agita durante la noche. La mezcla se filtra y se separa bajo vacío y el residuo se diluye con cloruro de metileno, se lava con agua, se seca y se separa bajo vacío. El rendimiento es de 205 g de producto, N-alil-m-trifluormetilacetanilida, n_D^{30} 1,4532. El producto es de pureza suficiente para utilizarse en la siguiente etapa, sin purificación adicional.

El producto se añade a 200 ml de ácido clorhídrico concentrado con 250 ml de agua. El sistema bifásico se calienta a reflujo con agitación hasta que se obtiene una

solución clara, en unas 2 horas. La mezcla se enfría y se cristaliza el producto. La mezcla se trata con hidróxido sódico al 50 %, con enfriamiento, para liberar la N-alil-anilida la cual se extrae con cloruro de metileno, se seca sobre sulfato de magnesio y se separa para dar 170 g de producto. Puesto que la cromatografía de distribución gas-líquido (GLPC) solo indica una pureza del 85 %, el material se disuelve en éter y se reprecipita como el hidrocloreto con ácido clorhídrico etéreo al 20 %. El rendimiento es de 173 g; p.f. 104-106°C.

Preparación de N-alil-m-trifluorometil-dicloroacetanilida. Se suspenden 23,8 g de hidrocloreto de N-alil-m-trifluorometilanilina en 200 ml de cloruro de metileno, se añaden 21 g de trietilamina y la mezcla se agita en un baño de agua a temperatura ambiente, mientras se añade gota a gota 15 g de cloruro de dicloroacetilo. Después de agitar durante unos 30 minutos, y una vez completada la adición, la mezcla se lava con hidróxido sódico diluido al 1 % aproximadamente, ácido clorhídrico diluido al 1 % aproximadamente y agua, se separa y se seca sobre sulfato de magnesio y el disolvente se separa bajo vacío. El producto se disuelve en éter y se trata con 10 g de ácido clorhídrico etéreo al 20 %, se filtra el precipitado y se separa el éter bajo vacío, para dar 25 g de producto, n_D^{30} 1,4740.

EJEMPLO 8

Preparación de N-m-trifluorometilfenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

Se añaden 30 ml de dimetiléter de etilenglicol (diglima) a 2 g de cloruro ferroso ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$) y se calienta al punto de ebullición bajo un manto de nitrógeno, separándose

10 g de una mezcla de agua-diglima. A esta mezcla se añaden 12,5 g de N-alil-m-trifluormetildicloroacetanilida y se continúa el calentamiento durante 15 minutos a reflujo, determinándose por GLPC la conversión al producto. Una vez terminada la conversión (unos 30 minutos de reflujo), la mezcla se enfría, se diluye con cloruro de metileno, se lava con ácido clorhídrico al 5 %, se separa, se seca con sulfato de magnesio, se trata con carbón activado y Florisil, se filtra y el disolvente se separa bajo vacío. Rendimiento 10 g de aceite, n_D^{30} 1,5032.

Como anteriormente se ha indicado, son posibles los estereoisómeros en los compuestos que poseen átomos de carbono en el anillo pirrolidinona que tiene grupos no idénticos unidos al mismo. El compuesto de este ejemplo constituye uno de tales compuestos y se utiliza como ejemplo de la separación, identificación y por último actividad herbicida de las configuraciones cis y trans.

El compuesto del procedimiento anterior, un aceite, n_D^{30} 1,5032, se deja reposar durante la noche cristalizando una porción. Este material se tritura con disulfuro de carbono y se obtiene una lechada de cristales. Los cristales se separan por filtración de la lechada. Se identifican por RMN resultando tener la configuración trans (I); p.f. 54-55°C.

Tras enfriar el filtrado de disulfuro de carbono, se obtiene otra cosecha de cristales. Después de la separación y secado, estos cristales se identifican por RMN, resultando tener la configuración cis (II); p.f. 79-80°C.

ye con benceno y se lava con agua. El producto cristaliza en solución bencénica y se filtra. Se recristaliza una muestra en etanol, dando un p.f. de 133-134°C.

EJEMPLO 11

5 Preparación de N-m-trifluormetilfenil-3-bromo-4-bromometil-2-pirrolidinona

Se suspende 1 g de bromuro ferroso anhidro (FeBr₂) en 15 ml de diglima, se añaden 9,6 g de N-alil-m-trifluormetildibromoacetanilida y la mezcla se calienta a reflujo bajo una atmósfera de nitrógeno durante 15 minutos. La mezcla se enfría, se diluye con cloruro de metileno, se extrae con agua y solución de ácido clorhídrico al 5 %, se seca, se trata con florisil, se filtra y el disolvente se separa bajo vacío. El rendimiento es de 7,6 g de un líquido oscuro.

15

EJEMPLO 12

15 Preparación de N-m-nitrofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona

20

Una mezcla de 10,1 g de N-alil-m-nitro-dicloroacetanilida, 15 ml de diglima y 1 g de cloruro ferroso anhidro (FeCl₂), se calienta a reflujo bajo nitrógeno durante 1 hora y se enfría. La mezcla se diluye con benceno, se lava con ácido clorhídrico al 5 % y la solución se trata con sulfato de magnesio y carbón activo, se filtra a través de un lecho de florisil y el disolvente se separa bajo vacío. El producto, 6 g de un aceite viscoso, solidifica tras reposo. La trituración con éter proporciona 3 g de sólido cristalino, p.f. 102-104°C.

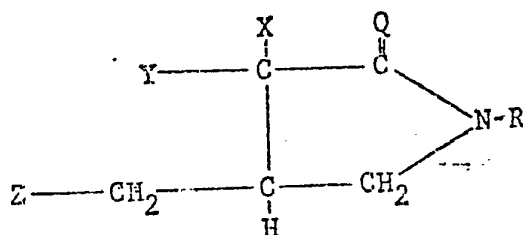
25

30

A continuación se resume una tabla de compuestos que se preparan según los procedimientos de la invención antes citados. A los compuestos se han asignados números que

se utilizan para la identificación a través del resto de la presente memoria descriptiva.

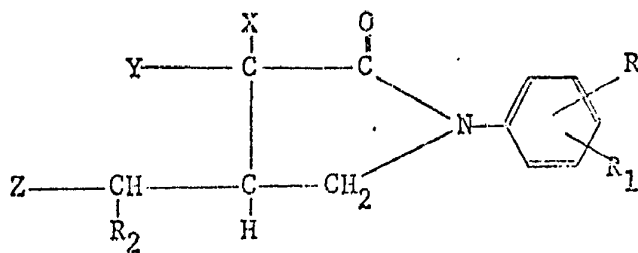
TABLA I



Compuesto Número	R	X	Y	Z	Q	n_D^{30} p.e. °C
1.	CH ₂ CH=CH ₂	H	Cl	Cl	O	125°/0.25
2	CH ₂ CH=CH ₂	Cl	Cl	Cl	O	1,4938
3	C ₂ H ₅	H	Cl	Cl	O	1,4720
4	C ₂ H ₅	Cl	Cl	Cl	O	1,4735
5	c-C ₆ H ₁₁	H	Cl	Cl	O	1,4788
6	CH ₂ CH=CH ₂	H	Cl	Cl	S	1,5487
7	CH ₃	H	Cl	Cl	O	1,4860
8	n-C ₃ H ₇	H	Cl	Cl	O	1,4748
9	CH ₂ =CHCH ₂	H	Br	Br	O	1,5350
10	CH ₂ BrCHBrCH ₂	H	Cl	Cl	O	1,5633
11	n-C ₅ H ₁₁	H	Cl	Cl	O	1,4700
12	n-C ₄ H ₉	H	Cl	Cl	O	1,4731
13	i-C ₄ H ₉	H	Cl	Cl	O	1,4720
14	CH ₂	H	Cl	Cl	O	1,4922
15	C ₆ H ₅ CH ₂	H	Cl	Cl	O	1,5387
16	p-Cl-C ₆ H ₅ CH ₂	H	Cl	Cl	O	1,5502

Los siguientes compuestos corresponden a la

fórmula:



Compuesto Número	X	Y	Z	R ₂	R	R ₁	n _D ³⁰ 6
							p.e. °C
17	H	Cl	Cl	H	H	H	85-90
18	Cl	Cl	Cl	H	H	H	133-134
19	H	Cl	Cl	H	2-CH ₃	6-CH ₃	semi-sólido*
20	H	Cl	Cl	H	3-Cl	H	93-94
21	H	Cl	Cl	H	4-Cl	H	100-102
22	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃	H	1,5032
23	CH ₃	Cl	Cl	H	H	H	79-88
24	Cl	Cl	Cl	H	3-Cl	4-Cl	119-121
25	Cl	Cl	Cl	H	3-CF ₃	H	100-102
26	CH ₃	Cl	Cl	H	3-CF ₃	H	76-78
27	H	Cl	Cl	H	4-CH ₃	H	100-104
28	H	Cl	Cl	H	3-F	H	60-63
29	H	Br	Br	H	3-CF ₃	H	líquido oscuro *
30	H	Cl	Cl	H	3-Cl	4-Cl	119-121
31	H	Cl	Cl	H	3-NO ₂	H	102-104
32	H	Cl	Cl	H	3-Cl	5-Cl	80-90
33	H	Cl	Cl	CH ₃	3-CF ₃	H	1,5020
34	H	Cl	Cl	H	3-CN	H	1,5550
35	Cl	Cl	Cl	H	3-Cl	5-Cl	1,5795
36	Cl	Cl	Cl	CH ₃	3-CF ₃	H	1,5122
37	Cl	Cl	Cl	H	3-CN	H	líquido rojo oscuro*

TABLA I (continuación)

Compuesto Número	X	Y	Z	R ₂	R	R ₁	n_D^{30} $\frac{\delta}{P \cdot G \cdot C}$
38	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃	4-Cl	1,5263
39	Cl	Cl	Cl	H	3-CF ₃	4-Cl	109-112
40	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃ S	H	1,5328
41	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃ S	H	1,5974
42	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃ SO	H	1,5248
43	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃ SO	H	1,5763
44	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃ SO ₂	H	crystal*
45	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃ SO ₂	H	1,5228
46	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃	5-CF ₃	1,4690
47	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃ O	H	95-99
48	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃ CO	H	117-121
49	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃	H	89-91
50	H	H	Cl	H	3-CF ₃	H	1,4993
51	H	Cl	Cl	H	3-Br	H	103-105
52	H	Cl	Cl	H	2-Cl	H	1,5530
53	H	Cl	Cl	H	3-I	H	107-109
54	H	Cl	Cl	H	4-CH ₃ O	H	123-125
55	H	Cl	Cl	H	2-CF ₃	H	1,4910
56	H	Cl	Cl	H	3-C ₂ F ₅ CONH	H	130-132
57	H	Cl	Cl	H	3-CH ₃ NHCONH	H	170-172
58 (cis)	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃	H	79-80
59 (trans)	H	Cl	Cl	H	3-CF ₃		54-55

* = Estructura confirmada por análisis infra-rojo

Los compuestos anteriores pueden ser designados como:

1. 1-alil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
2. 1-alil-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 5 3. 1-etil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
4. 1-etil-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
5. 1-ciclohexil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
6. 1-alil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinonatonona
7. 1-metil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 10 8. 1-propil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
9. 1-alil-3-bromo-4-bromometil-2-pirrolidinona
10. N-2,3-dibromopropil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
11. N-amil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
12. N-butil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 15 13. N-isobutil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
14. N-ciclopropilmetil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
15. N-bencil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
16. N-p-clorobencil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
17. 1-fenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 20 18. 1-fenil-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
19. 1-(2',6'-dimetilfenil)-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
20. 1-m-clorofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
21. 1-p-clorofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
22. 1-m-trifluormetilfenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 25 23. 1-fenil-3-cloro-3-metil-4-clorometil-2-pirrolidinona
24. 1(3',4'-diclorofenil)-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirroli-
dinona
25. 1-m-trifluormetil-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
26. N-m-trifluormetilfenil-3-cloro-3-metil-3-clorometil-2-
30 pirrolidinona

27. 1-p-tolil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
28. 1-m-fluorfenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
29. N-m-trifluormetil-3-bromo-4-bromometil-2-pirrolidinona
30. N-3',4'-diclorofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 5 31. N-m-nitrofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
32. N-3',5'-diclorofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
33. N-m-trifluormetilfenil-3-cloro-4-(1-cloroetil)-2-pirroli-
dinona
34. N-m-cianofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 10 35. N-3,5-diclorofenil-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
36. N-m-trifluormetilfenil-3,3-dicloro-4(1-cloroetil)-2-pirro-
lidinona
37. N-m-cianofenil-3,3-dicloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
38. N-3'-trifluormetil-4'-clorofenil-3-cloro-4-clorometil-
2-pirrolidinona
- 15 39. N-3'-trifluormetil-4'-clorofenil-3,3-dicloro-4-cloro-
metil-2-pirrolidinona
40. N-(m-trifluormetiltiofenil)-3-cloro-4-clorometil-2-pirro-
lidinona
41. N(m-metiltiofenil)-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
- 20 42. N(m-trifluormetilsulfinilfenil)-3-cloro-4-clorometil-2-
pirrolidinona
43. N-(m-metilsulfinilfenil)-3-cloro-4-clorometil-2-pirroli-
dinona
- 25 44. N(m-metilsulfonilfenil)-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidi-
nona
45. N(m-trifluormetilsulfonilfenil)-3-cloro-4-clorometil-2-
pirrolidinona
46. N(3',5'-bis-trifluormetilfenil)-3-cloro-4-clorometil-2-
pirrolidinona
- 30 47. N-m-metoxifenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
48. N-m-acetilfenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
49. N-m-tolil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
50. N-m-trifluormetilfenil-4-clorometil-2-pirrolidinona

51. N-m-bromofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
52. N-o-clorofenil-N-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
53. N-m-iodofenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
54. N-p-metoxifenil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
5 55. o-trifluormetil-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidinona
56. N(m-pentafluorpropionamidofenil)-3-cloro-4-clorometil-
2-pirrolidinona
57. N(m-metilureidofenil)-3-cloro-4-clorometil-2-pirrolidi-
nona
58. cis 1-m-trifluormetilfenil-3-cloro-4-clorometil-2-pi-
10 rrolidinona
59. trans 1-m-trifluormetilfenil-3-cloro-4-clorometil-2-
pirrolidinona

ENSAYOS DE LA EVALUACION HERBICIDA

15 Como anteriormente se ha mencionado, los com-
puestos aquí descritos y producidos según el procedimiento de
la invención, son compuestos fitotóxicos que resultan útiles
y valiosos en el control de diversas especies de plantas.
Los compuestos de esta invención son ensayados como herbicidas
del siguiente modo:

20 Ensayo herbicida de pre-emergencia

Utilizando una balanza analítica, se pesan
20 mg del compuesto a ensayar en una pieza de papel cristal.
El papel y compuesto se colocan en una botella de 30 ml, de
boca ancha, y se añaden 3 ml de acetona conteniendo 1 % de
25 Tween 20[®] (monolaurato de polioxietilensorbitán) para disol-
ver el compuesto. Si el material no es soluble en acetona, se
utiliza en su lugar otro disolvente tal como agua, alcohol o
dimetilformamida (DMF). Cuando se utiliza esta última solo
se emplean 0,5 ml o menos para disolver el compuesto y se em-
30 plea entonces otro disolvente para completar el volúmen a 3 ml.

Los 3 ml de solución se pulverizan uniformemente sobre el suelo contenido en un pequeño plano un día después de plantar semillas de malas hierbas en el plano de terreno. Se utiliza un atomizador para aplicar la pulverización utilizando aire comprimido a una presión de 0,35 kg/cm². La proporción de aplicación es de 8,8 kg/hectárea y el volumen de pulverización es de 1.324 litros/hectárea.

El día anterior al tratamiento, el plano que tiene una longitud de 18 cm, un ancho de 12,5 cm y una profundidad de 6,88 cm, se rellena a una profundidad de 5 cm con tierra de arena gredosa. Se plantan en filas individuales semillas de siete especies diferentes de hierbajos utilizando una especie por fila a través del ancho del plano. Las semillas se cubren con tierra de modo que las mismas se planten en una profundidad de 12,7 mm. Se plantan semillas de manzana para proporcionar aproximadamente de 20 a 50 germinaciones por fila después del brote, en función del tamaño de las plantas.

Las semillas utilizadas son: alopecuro (Setaria spp.) - FT; hierba de agua (Echinochloa crusgalli) - WG; avena roja (Avena sativa) - RO; hierba racinosa de raíz roja (Amaranthus retroflexus) - FW; mostaza (Brassica juncea) - MD; lengua de vaca rizada (Rumex crispus) - CD; e hierba silvestre velluda (Digitaria sanguinalis) - CG.

Después del tratamiento, los planos se colocan en un invernadero a una temperatura de 21 a 29,5°C y se echa agua mediante riego. Dos semanas después del tratamiento, se determina el grado de destrucción o control por comparación con plantas de control sin tratar de la misma edad. Se determina la evaluación de daños de 0 a 100 % para cada especie como

porcentaje de control representando 0 % la ausencia de daños y el 100 % la destrucción completa.

Ensayo de la evaluación herbicida de post-emergencia

5 En los planos como anteriormente se ha descrito para la evaluación de pre-emergencia, se plantan semillas de 6 especies de plantas, incluyendo hierba silvestre velluda (CG), hierba de agua (WG), avena roja (RO), mostaza (MD), lengua de vaca rizada (CD) y judías pintas (Phaseolus
10 vulgaris) (BN). Los planos se plantan en el invernadero a 21-29°C y se riegan con agua diariamente mediante un irrigador. Aproximadamente de 10 a 14 días después de la plantación, y cuando las hojas primarias de las plantas de judía están casi totalmente expandidas y empieza a formarse las primeras
15 hojas trifoliadas, se pulverizan las plantas. La pulverización se prepara pesando 20 mg del compuesto del ensayo, disolviéndolo en 5 ml de acetona conteniendo 1 % de Tween 20[®] (monolaurato de polioxietilensorbitan) y añadiendo entonces 5 ml de agua. La solución se pulveriza sobre el follaje utilizando un atomizador a una presión de aire de 0,35 kg/cm². La
20 concentración de la pulverización es de 0,2 % y la proporción es de 8,8 kg/hectárea. El volumen de pulverización es de 4.427 litros/hectárea.

Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 2.

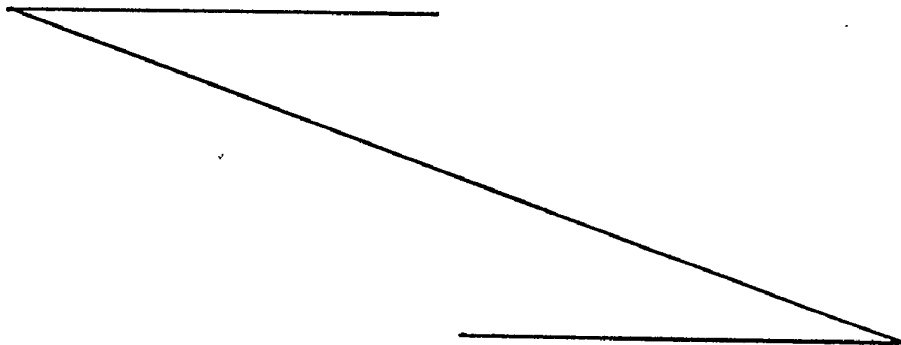


TABLA II

ACTIVIDAD HERBICIDA-RESULTADOS DE LA EVALUACION

¿ control a 8,8 kg/hectárea

Compuesto Número	Pre-emergencia						Post-emergencia						
	CG	FT	MG	RO	MD	CD	FW	CG	MG	RO	MD	CD	BN
1	79	98	100	98	100	50	40	90	90	60	80	100	70
2	80	60	50	0	0	0	0	20	20	0	20	20	0
3	90	90	90	50	10	10	0	70	70	40	0	50	60
4*	10	10	20	30	100	30	0	98	20	0	0	0	10
5*	95	10	10	10	0	0	0	100	40	0	98	80	10
6	100	100	98	100	20	10	10	80	70	60	50	50	70
7	10	10	80	10	0	0	0	70	70	0	0	0	50
8	99	99	100	90	80	0	0	90	80	80	60	0	30
9	100	98	100	98	70	50	30	90	90	70	50	0	0
10*	90	0	95	0	0	0	0	95	40	0	90	0	0
11	95	95	95	0	30	10	0	80	40	0	90	70	0
12	100	98	95	95	100	50	30	98	90	20	100	60	0
13	90	90	80	70	30	10	0	40	70	10	70	40	0
14	90	95	95	90	100	30	10	40	80	10	50	80	40
15	100	95	95	80	95	80	40	90	80	40	100	80	20
16	80	80	70	10	0	0	0	90	80	10	100	0	20

TABLA II

ACTIVIDAD HERBICIDA-RESULTADOS DE LA EVALUACION

% control a 8,8 kg/hectárea

<u>Compuesto</u> <u>Número</u>	<u>Pre-emergencia</u>						
	<u>CG</u>	<u>FT</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>PW</u>
1	79	98	100	98	100	50	40
2	80	60	50	0	0	0	0
3	90	90	90	50	10	10	0
4*	10	10	20	30	100	30	0
5*	95	10	10	10	0	0	0
6	100	100	98	100	20	10	10
7	10	10	80	10	0	0	0
8	99	99	100	90	80	0	0
9	100	98	100	98	70	50	30
10*	90	0	95	0	0	0	0
11	95	95	95	0	30	10	0
12	100	98	95	95	100	50	30
13	90	90	80	70	30	10	0
14	90	95	95	90	100	30	10
15	100	95	95	80	95	80	40
16	80	80	70	10	0	0	0

Post-emergencia

<u>I</u>	<u>CG</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>BN</u>
0	90	90	60	80	100	70
	20	20	0	20	20	0
	70	70	40	0	50	60
	98	20	0	0	0	10
	100	40	0	98	80	10
0	80	70	60	50	50	70
	70	70	0	0	0	50
	90	80	80	60	0	30
0	90	90	70	50	0	0
	95	40	0	90	0	0
	80	40	0	90	70	0
0	98	90	30	100	60	0
	40	70	10	70	40	0
	40	80	10	50	80	40
	90	80	40	100	80	20
	90	80	10	100	0	20

TABLA II (Continuación)

Compuesto Número	Pre-emergencia					Post-emergencia							
	CG	FT	WG	RO	MD	CD	FW	CC	KC	RO	MD	CD	FW
17	90	80	20	10	100	50	80	100	10	10	80	80	40
18	100	100	40	0	100	50 ⁸⁰	80	100	0	0	80	20	0
19	80	80	80	20	20	10	30	70	60	0	0	0	0
20	100	100	100	50	100	100	100	100	95	50	100	100	100
21***	70	30	0	0	0	0	0	95	0	0	90	40	0
22	100	100	100	100	100	100	100	100	100	80	100	100	95
23	90	10	10	0	10	0	0	80	20	0	90	80	60
24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	80	0	0
25	100	100	100	30	100	100	98	90	80	10	100	100	100
26	100	100	100	0	100	100	100	95	99	10	100	98	100
27**	90	70	0	0	0	0	0	60	0	0	30	50	0
28	100	100	100	70	100	100	100	100	100	50	100	100	95
29	90	95	80	10	90	40	90	80	80	20	50	40	100
30	30	30	0	0	40	40	0	30	20	0	50	0	10
31	70	98	10	0	30	0	90	70	60	20	100	20	0
32	90	90	10	0	30	30	90	95	50	10	100	80	80

TABLA II (Continuación)

<u>Compuesto Número</u>	<u>Pre-emergencia</u>							<u>CG</u>
	<u>CG</u>	<u>FT</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>FW</u>	
17	90	80	20	10	100	50	80	10
18	100	100	40	0	100	50	80	10
19	80	80	80	20	20	10	30	7
20	100	100	100	50	100	100	100	10
21***	70	30	0	0	0	0	0	9
22	100	100	100	100	100	100	100	10
23	90	10	10	0	10	0	0	8
24	0	0	0	0	0	0	0	0
25	100	100	100	30	100	100	98	9
26	100	100	100	0	100	100	100	9
27**	90	70	0	0	0	0	0	6
28	100	100	100	70	100	100	100	10
29	90	95	80	10	90	40	90	8
30	30	30	0	0	40	40	0	3
31	70	98	10	0	30	0	90	7
32	90	90	10	0	30	30	90	9

Post-emergencia

<u>CG</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>BN</u>
100	10	10	80	80	40
100	0	0	80	20	0
70	60	0	0	0	0
100	95	50	100	100	100
95	0	0	90	40	0
100	100	80	100	100	95
80	20	0	90	80	60
0	0	0	80	0	0
90	80	10	100	100	100
99	99	10	100	98	100
60	0	0	30	50	0
100	100	50	100	100	95
80	80	20	50	40	100
30	20	0	50	0	10
70	60	20	100	20	0
95	50	10	100	80	80

TABLA II (continuación)

Compuesto No.	Pre-emergencia					Post-emergencia				
	CG	FT	WG	RO	MD	CG	WG	RO	MD	BN
33	100	98	60	0	20	100	50	10	100	80
34	100	100	100	98	100	100	100	100	100	80
35	10	20	50	10	20	60	10	10	50	0
36	95	10	60	0	10	90	20	0	95	10
37	98	98	80	10	80	100	100	0	100	100
38	100	100	80	30	95	100	70	90	100	100
39	100	95	40	0	80	98	60	0	70	70
40	100	100	100	95	98	100	90	95	100	100
41	100	100	98	10	80	100	70	10	100	80
42	100	100	100	30	98	100	70	60	100	100
43	100	95	70	10	80	100	70	10	100	70
44	100	100	98	10	95	100	70	20	100	80
45	100	100	70	10	90	95	50	10	80	100
46	100	100	80	10	80	100	80	40	80	10

TABLA II (continuación)

<u>Compuesto</u> <u>No.</u>	<u>Pre-emergencia</u>							
	<u>CG</u>	<u>FT</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>FW</u>	
33	100	98	60	0	20	0	10	
34	100	100	100	98	100	100	98	
35	10	20	50	10	20	0	0	
36	95	10	60	0	10	0	10	
37	98	98	80	10	80	80	98	1
38	100	100	80	30	95	40	95	1
39	100	95	40	0	80	30	70	
40	100	100	100	95	98	98	95	1
41	100	100	98	10	80	40	70	1
42	100	100	100	30	98	98	95	1
43	100	95	70	10	80	0	10	1
44	100	100	98	10	95	50	10	1
45	100	100	70	10	90	60	95	
46	100	100	80	10	80	60	60	1

Post-emergencia

<u>CG</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>BN</u>
100	50	10	100	70	80
100	100	100	100	100	80
60	10	10	50	10	0
90	20	0	95	50	10
100	100	0	100	95	100
100	70	90	100	100	100
98	60	0	70	80	70
100	90	95	100	80	100
100	70	10	100	95	80
100	70	60	100	100	100
100	70	10	100	90	70
100	70	20	100	95	80
95	50	10	80	80	100
100	80	40	80	80	10

TABLA II (continuación)

Compuesto Número	Pre-emergencia					Post-emergencia				
	CG	FI	WG	RO	MD	CG	WG	RO	MD	EN
47	100	100	80	0	50	100	100	10	100	100
48*	90	90	0	0	95	0	0	0	90	10
49	100	100	80	0	60	100	100	0	100	95
50	100	100	98	0	90	100	100	10	100	100
51	100	100	100	40	100	100	100	30	100	100
52*	100	100	98	0	98	100	80	10	100	40
53	100	100	95	10	99	100	98	70	100	100
54**	30	20	0	0	0	0	0	0	20	0
55*	0	0	0	0	0	10	0	0	30	0
56	100	95	10	0	100	95	0	0	100	0
57	100	90	70	0	95	100	20	0	100	100

* = Resultados de evaluación - % control a 22 kg/hectárea, pre- y post-emergencia.

** = Resultados de evaluación de pre-emergencia a 22 kg/hectárea.

*** = Resultados de evaluación de post-emergencia a 22 kg/hectárea.

TABLA II (continuación)

Compuesto Número	Pre-emergencia							C
	CG	FT	WG	RO	MD	CD	PW	
47	100	100	80	0	50	30	95	1
48*	90	90	0	0	95	40	100	
49	100	100	80	0	60	0	0	1
50	100	100	98	0	90	95	98	1
51	100	100	100	40	100	100	100	1
52*	100	100	98	0	98	98	100	1
53	100	100	95	10	99	100	100	1
54*	30	20	0	0	0	0	0	
55*	0	0	0	0	0	0	0	
56	100	95	10	0	100	50	98	
57	100	90	70	0	95	95	70	1

* = Resultados de evaluación - % control a 22 kg/hectárea, pre- y post-emergencia.

** = Resultados de evaluación de pre-emergencia a 22 kg/hectárea.

*** = Resultados de evaluación de post-emergencia a 22 kg/hectárea.

Post-emergenc

<u>CG</u>	<u>WG</u>	<u>RO</u>	<u>MD</u>	<u>CD</u>	<u>BN</u>
100	100	10	100	100	100
0	0	0	90	10	0
100	100	0	100	95	0
100	100	10	100	100	100
100	100	30	100	100	100
100	30	10	100	80	40
100	98	70	100	100	100
0	0	0	20	0	0
10	0	0	30	0	0
95	0	0	100	100	0
100	20	0	100	100	100

5 Los compuestos 58 (cis) y 59 (trans) son bioensayados en la evaluación herbicida empleando la técnica superficial de pre-emergencia. Los siguientes resultados de la Tabla III se obtienen a 0,0275 kg/hectárea, 0,55 kg/hectárea y 1,1 kg/hectárea. Se incluye con fines comparativos una mezcla de aproximadamente 40 % de cis y 60 % de trans, para demostrar la actividad preferida de la configuración cis.

TABLA III

COMPUESTO/ CONFIGURACION	Propor- ción (kg/Ha)	Proportión									
		CG	FT	WG	WO	PB	AMG	COT	GR	BL	
58 - <u>cis</u>	0,305	100	100	80	10	20	40	20	73	27	
	0,55	100	100	99	60	50	30	20	90	33	
	1,1	100	100	100	80	80	70	50	95	67	
59 - <u>trans</u>	0,305	97	10	20	0	0	0	0	32	0	
	0,55	98	70	40	0	0	0	0	52	0	
	1,1	100	100	80	10	20	0	0	73	7	
Mezcla (40:60)	0,305	100	100	60	0	10	0	0	65	3	
	0,55	100	100	90	30	40	20	10	80	23	
	1,1	100	100	100	60	60	50	20	90	43	

10 CG, FT, WG y WO = hierba silvestre, alopecuro, hierba de agua y avena silvestre.

PB, AMG y COT = judía pinta, ipomea anual (Ipomea purpurea), y algodón (Ipomea trichocarpa)

15 Los compuestos de la presente invención se utilizan como herbicidas de pre- o post-emergencia y se aplican de distintos modos a diversas concentraciones. En la práctica, los compuestos se formulan con un vehículo inerte, utilizando métodos bien conocidos para los expertos en la técnica, por medio de los cuales se convierten en las formas ade-

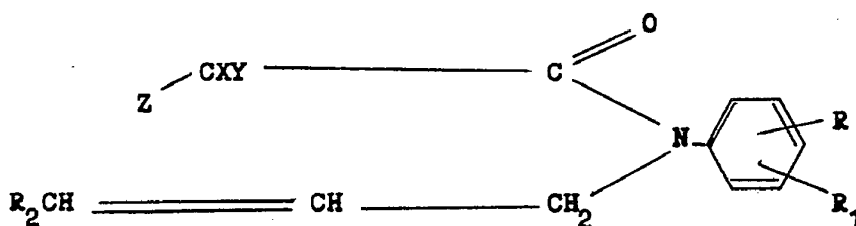
cuadas para la aplicación como polvos, pulverizaciones o em-
bebidos y similares, en la forma y manera requeridas. Las mez-
clas se pueden dispersar en agua con ayuda de un agente humec-
tante o se pueden emplear en composiciones líquidas orgánicas,
5 aceite y agua, emulsiones de agua en aceite, con o sin la adi-
ción de agentes humectantes, dispersantes o emulsionantes.

La cantidad herbicidamente eficaz depende de la naturaleza de
las semillas o plantas a controlar y la proporción de aplica-
ción varía desde 0,11 a 55 kg/hectárea aproximadamente. La
10 concentración de un compuesto de la presente invención, que
constituye una cantidad eficaz en el mejor modo de administra-
ción en la utilidad descrita, se puede determinar fácilmente
por cualquier persona experta en la técnica.

Las composiciones fitotóxicas de esta inven-
15 ción que utilizan una cantidad herbicidamente eficaz del com-
puesto aquí descrito, se aplican a las plantas en forma conven-
cional. La presente invención contempla métodos para destruir,
combatir o controlar selectivamente plantas indeseadas, que
comprende aplicar a por lo menos una de (a) tales malas hier-
20 bas y (b) su habitat, es decir el lugar a proteger, una canti-
dad herbicidamente eficaz o tóxica del compuesto activo parti-
cular, solo o en combinación con un vehículo o adyuvante. De
este modo, las composiciones en polvo y líquidas se pueden
aplicar a la planta mediante el empleo de espolvoreadores,
25 pulverizadores manuales y espolvoreadores de pulverizaciones.
Las composiciones se pueden aplicar también desde aviones
como polvos o pulverizaciones debido a que resultan eficaces
a dosis muy bajas. Con el fin de modificar o controlar el cre-
cimiento de semillas en germinación o de germinaciones que
30 brotan, y como un ejemplo típico, las composiciones en polvo
y líquidas se aplican al terreno según los métodos convencio-

nales y se distribuyen en el mismo a una profundidad de al me-
nos 12,7 mm por debajo de la superficie del terreno. No es ne-
cesario que las composiciones fitotóxicas se mezclen con las
partículas de tierra pudiéndose aplicar estas composiciones
5 simplemente por pulverización o esparcido sobre la superficie
de la tierra. Las composiciones fitotóxicas de esta invención
se pueden aplicar también por adición al agua de irrigación
suministrada al campo a tratar. Este método de aplicación per-
mite la penetración de las composiciones en la tierra a medida
10 que el agua se absorbe en la misma. Las composiciones en polvo,
granulares o formulaciones líquidas, aplicadas a la superficie
de la tierra, se pueden distribuir por debajo de la superficie
de la misma, por medios convencionales, tales como operaciones
de escarificado, rastrillado o mezclado.

15 Las composiciones fitotóxicas de esta inven-
ción pueden contener también otros aditivos, por ejemplo
fertilizantes, pesticidas y similares, utilizados como adyu-
vantes o en combinación con cualquiera de los adyuvantes ante-
riormente descritos. Otros compuestos fitotóxicos útiles en
20 combinación con los compuestos anteriormente descritos inclu-
yen, por ejemplo, ácido 2,4-diclorofenoxiacético, ácido
2,4,5-triclorofenoxiacético, ácido 2-metil-4-clorofenoxiacé-
tico y sus sales, ésteres y amidas; derivados de triazina,
tal como 2,4-bis(3-metoxipropilamino)-6-metil-tio-s-triazina,
25 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina, y 2-etilami-
no-4-isopropilamino-6-metilmercapto-s-triazina, derivados de
urea, tal como 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea y aceta-
midas tales como N,N-dialil- α -cloroacetamida, N-(α -cloro-
acetil)hexametenimina, y N,N-dietyl- α -bromoacetamida, y si-
30 milares; ácidos benzóicos tal como 3-amino-2,5-diclorobenzóico;



5 en la que X es hidrógeno, cloro o metilo; Y es hidrógeno, cloro o bromo; Z es cloro o bromo; R₂ es alquilo o hidrógeno; R es hidrógeno, alquilo, acetilo, cloro, bromo, fluor, yodo, trifluormetilo, nitro, ciano, alcoxi, alquiltio, alquilsulfonilo, alquilsulfonilo, trifluormetiltio, trifluormetilsulfonilo, trifluormetilsulfonilo, pentafluorpropionamido o 3-metilureido; y R₁ es hidrógeno, alquilo, cloro o trifluormetilo.

10 5.- Procedimiento para preparar N-halo sustituido-2-pirrolidonas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 35 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

15 STAUFFER CHEMICAL COMPANY.

GOMEZ ACERO Y MODET
p p Firmador J. Suarez Diaz