



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO -461899	10 A1
	21	
	22 FECHA DE PRESENTACION 26-8-77	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
35736/76	27 de Agosto de 1976	Inglaterra

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C//A01N	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS AZOLICOS DE EFECTO HERBICIDA.

71 SOLICITANTE (S)
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Imperial Chemical House, Millbank, Londres S.W.1., Inglaterra.

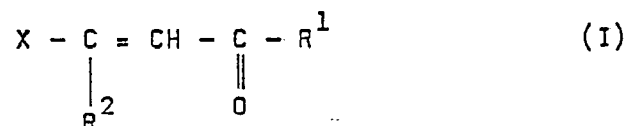
72 INVENTOR (ES)
TERENCE LEWIS., SUGAVANAM BALASUBRAMANYAN.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. José Miguel Gómez-Acebo y Pombo.

Esta invención se refiere a compuestos químicos que tienen propiedades herbicidas y a los procedimientos herbicidas y composiciones que utilizan estos compuestos.

De acuerdo con la presente invención se proporcionan compuestos herbicidas de fórmula:



en la que X es un radical 1-(1,2,4-triazolil) o un radical 1-imidazolil; R² es un radical alquilo o cicloalquilo con 2 a 10 átomos de carbono o un radical fenilo o naftilo que opcionalmente puede contener uno o mas de los siguientes sustituyentes: fluor, cloro, bromo, yodo, ciano, nitro, alquilo con 1 a 6 átomos de carbono; alcoxi con 1 a 6 átomos de carbono opcionalmente sustituido por uno o mas radicales fenilo o radicales alcoxi con 1 a 6 átomos de carbono; alquiltio con 1 a 6 átomos de carbono; haloalquilo con 1 a 6 átomos de carbono; haloalcoxi con 1 a 6 átomos de carbono; carboxialcoxi en el que el grupo alcoxi tiene de 1 a 6 átomos de carbono; alcoxi-carbonilalcoxi en el que cada grupo alcoxi tiene de 1 a 6 átomos de carbono; N,N-dialquilcarbamoilalcoxi en el que el grupo alcoxi y cada grupo alquilo tienen cada uno de 1 a 5 átomos de carbono; fenilo; o 1-(1,2,4-triazolil)vinilo; y R¹ es un radical alquilo o cicloalquilo con 2 a 10 átomos de carbono, o un radical fenilo o naftilo opcionalmente presentando uno o mas de los sustituyentes mencionados para R² anteriormente; o una sal de adición de ácido o complejo metálico de los mismos.

La identidad del ácido que es usado para formar las sales de adición de ácido de los compuestos de la invención no es crítica y una gran variedad de sales de adición de ácido de cualquier compuesto particular puede ser usada. Por razones de conveniencia y de economía, no obstante, sales derivadas de los ácidos minerales usualmente disponibles son preferidas, aún cuando otros pueden ser usados si así se desea. En el momento de la elección del ácido se tomará en cuenta la finalidad para la cual la sal debe ser usada; sales formadas a partir de ácidos herbicidas que son muy persistentes en el suelo no serán obviamente convenientes para aplicaciones en las que las cosechas deben plantarse poco después de la aplicación del herbicida. Ejemplos particulares de ácidos que pueden ser usados en la formación de sales de adición de ácido incluyen ácido clorhídrico, bromhídrico, sulfúrico, nítrico, fosfórico y *p*-tolueno sulfónico.

Los compuestos de la invención forman complejos con sales de metales de transición, por ejemplo sales de cobre y de zinc, y tales complejos forman parte de la invención. Convenientemente las sales del metal de transición son haluros, sulfatos o nitratos. Los complejos metálicos contienen usualmente dos proporciones molares del compuesto de la invención por cada proporción molar de la sal metálica. Estos pueden ser preparados mezclando soluciones del compuesto y de la sal metálica y recogiendo el precipitado complejo. El disolvente puede ser por ejemplo un alcohol inferior, por ejemplo metanol o etanol.

Sub-grupos de compuestos que caen dentro de amplia clase de compuestos definidos anteriormente incluyen el grupo en que R^1 es un radical butilo terciario, X es un radi-

cal 1(1,2,4-triazolil) ó 1-imidazolil, y R^2 es un radical fenilo o naftilo sustituido. Cuando R^2 es un radical fenilo sustituido, es usualmente el caso en el que los compuestos mas activos son aquellos en los que la posición 4 del anillo fenilo está libre a la izquierda y los sustituyentes están localizados en una o mas de las posiciones 2, 3, 5 ó 6 del anillo fenilo. En los compuestos disustituídos es preferible que los sustituyentes estén en las posiciones 2,5 ó 2,6 del anillo fenilo. Compuestos preferidos incluyen aquellos en los que R^2 es un grupo fenilo sustituido con un grupo alcoxi en la posición 2 y un átomo de halógeno en la posición 5, por ejemplo 2-etoxi-5-bromofenil y 2-etoxi-5-clorofenil. Cuando R^2 es un radical 1-naftilo, no hay preferencia para conservar la posición 4 libre y esta posición puede estar sustituida por, por ejemplo, un grupo alcoxi, por ejemplo un grupo metoxi.

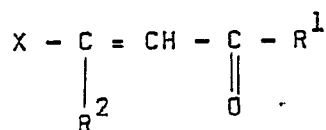
Otro sub-grupo de compuestos de la clase general de los compuestos según la invención, incluye aquellos compuestos en los que X es un grupo 1(1,2,4-triazolil) o un grupo 1-imidazolil, R^1 es un grupo fenilo opcionalmente con uno o mas de los sustituyentes siguientes: fluor, cloro, bromo, yodo, alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, alcoxi con 1 a 6 átomos de carbono opcionalmente sustituido por uno o mas radicales fenilo, o haloalquilo con 1 a 6 átomos de carbono y R^2 es un radical fenilo con cualquiera de los sustituyentes indicados para R^2 anteriormente.

Cuando R^1 o R^2 es un radical alquilo, este puede ser un radical alquilo de cadena recta o ramificada, por ejemplo un radical alquilo con hasta 6 átomos de carbono, o un radical cicloalquilo, por ejemplo un radical ciclopropilo, ciclopentilo o ciclohexilo.

Los compuestos de la presente invención pueden existir en dos formas isómeras geométricas (cis y trans), según la disposición de los grupos enlazados a los átomos de carbono unidos por un doble enlace. Ambos isómeros, y sus mezclas, forman parte de la invención. Generalmente en una preparación dada un isómero es producido en proporción mayor que el otro. Si se desea, los isómeros pueden ser separados por métodos químicos convencionales, por ejemplo por cromatografía gas-líquido (GLC). Puede ser mas conveniente, no obstante, usar la mezcla de isómeros como un herbicida. La proporción de cada isómero en la mezcla puede ser perfectamente determinada por métodos físicos o análisis, por ejemplo por examen del espectro de la resonancia magnética nuclear del producto ya que el espectro de los dos isómeros difiere para cada uno de ellos. Los dos isómeros de un compuesto dado pueden no ser completamente idénticos en su actividad biológica en muchos casos.

Ejemplos particulares de compuestos según la invención están indicados en la Tabla I.

TABLA I



Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
1	T	<u>t</u> Bu	Ph	70 - 73
2	T	<u>t</u> Bu	<u>o</u> Cl.C ₆ H ₄	53 - 55

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
3	T	Ph	o Cl.C ₆ H ₄	79-81
4	Im	Ph	o Cl.C ₆ H ₄	128
5	Im	t Bu	o Cl.C ₆ H ₄	74
6	T	t Bu	o CH ₃ O.C ₆ H ₄	95,5-96,5
7	Im	t Bu	o CH ₃ O.C ₆ H ₄	122
8	Im	t Bu	o EtO.C ₆ H ₄	98
9	T	t Bu	o EtO.C ₆ H ₄	72-75
10	T	t Bu	o Me.C ₆ H ₄	aceite
11	T	p MeO.C ₆ H ₄	o Cl.C ₆ H ₄	PTS 151-153
12	T	iso Pr	o Cl.C ₆ H ₄	aceite
13	T	ciclohexilo	o Cl.C ₆ H ₄	aceite
14	Im	p MeO.C ₆ H ₄	o Cl.C ₆ H ₄	84-87
15	T	p-F.C ₆ H ₄	o Cl.C ₆ H ₄	PTS 153-154
16	T	t Bu	o F.C ₆ H ₄	PTS 174-175
17	T	Ph	Ph	153-155
18	T	Ph	o MeO.C ₆ H ₄	93-94
19	T	t Bu	m CF ₃ .C ₆ H ₄	PTS 183-186
20	T	iso Pr	Ph	PTS 175-177
21	T	t Bu	m Cl.C ₆ H ₄	PTS 173-175
22	T	t Bu	2,4-Cl ₂ .C ₆ H ₄	PTS 154-155

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
23	Im	<u>t</u> Bu	2,4-Cl ₂ .C ₆ H ₄	112-114
24	Im	<u>t</u> Bu	<u>m</u> Cl.C ₆ H ₄	PTS 200-202
25	T	Ph	<u>o</u> Me.C ₆ H ₄	PTS 124-125
26	T	Ph	<u>o</u> F.C ₆ H ₄	PTS 166-168
27	T	p F.C ₆ H ₄	<u>o</u> MeO.C ₆ H ₄	124-125
28	T	<u>t</u> Bu	2,6-Cl ₂ .C ₆ H ₃	104-105
29	T	Ph	Ph	140-142
30	T	p MeO.C ₆ H ₄	<u>o</u> MeO.C ₆ H ₄	PTS 150-155
31	T	Ph	p-CN.C ₆ H ₄	PTS 181-182
32	T	<u>o</u> Cl.C ₆ H ₄	Ph	PTS 172-173
33	T	<u>o</u> MeO.C ₆ H ₄	<u>o</u> Cl.C ₆ H ₄	87-89
34	T	<u>o</u> MeO.C ₆ H ₄	<u>o</u> Cl.C ₆ H ₄	PTS 126-128
35	T	<u>t</u> Bu	2 EtO-5-Br.C ₆ H ₃	121-125
36	T	<u>t</u> Bu	<u>o</u> EtO.C ₆ H ₄	95-97
37	T	<u>t</u> Bu	<u>o</u> Br.C ₆ H ₄	PTS 128-130
38	T	<u>t</u> Bu	2,5-Me ₂ .C ₆ H ₃	77-78
39	T	<u>t</u> Bu	p MeO.C ₆ H ₄	PTS 165-166
40	T	<u>t</u> Bu	1-naftilo	81 después 103-104
41	T	<u>t</u> Bu	<u>m</u> Cl.C ₆ H ₄	173-175

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
42	T	<u>t</u> Bu	<u>m</u> CF ₃ C ₆ H ₄	60-62
43	Im	<u>t</u> Bu	<u>m</u> Cl.C ₆ H ₄	75-78
44	T	<u>t</u> Bu	<u>m</u> CN.C ₆ H ₄	aceite
45	T	<u>t</u> Bu	2-Cl-6-F.C ₆ H ₃	75-80
46	Im	t Bu	2,3-(MeO) ₂ C ₆ H ₃	56-58
47	Im	<u>t</u> Bu	<u>o</u> Br.C ₆ H ₄	73-74
48	Im	<u>t</u> Bu	<u>o</u> MeO.C ₆ H ₄	118-120
49	Im	<u>o</u> MeO.C ₆ H ₄	<u>o</u> Cl.C ₆ H ₄	65-68
50	Im	<u>t</u> Bu	Ph	67-68
51	T	<u>t</u> Bu	2-MeO-5-Br.C ₆ H ₃	126-127
52	T	<u>t</u> Bu	2,3-(MeO) ₂ .C ₆ H ₃	68-70
53	T	<u>t</u> Bu	2-EtO-3-MeO.C ₆ H ₃	aceite
54	Im	<u>t</u> Bu	2-Cl-6-F.C ₆ H ₃	PTS 155-157
55	Im	<u>t</u> Bu	2-MeO-5-Br.C ₆ H ₃	122-124
56	Im	<u>t</u> Bu	<u>m</u> MeO.C ₆ H ₄	aceite
57	Im	<u>t</u> Bu	<u>o</u> Me.C ₆ H ₄	87-88
58	T	<u>t</u> Bu	<u>m</u> MeO.C ₆ H ₄	aceite
59	T	<u>t</u> Bu	2-Br-4,5-(MeO) ₂ .C ₆ H ₂	117
60	Im	<u>t</u> Bu	2,6-Cl ₂ C ₆ H ₄	100-104

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
61	T	Me	<u>o</u> -Cl.C ₆ H ₄	aceite
62	T	<u>t</u> Bu	<u>m</u> .EtO.C ₆ H ₄	57-58
63	T	<u>t</u> Bu	<u>p</u> -Cl.C ₆ H ₄	100-114
64	T	Ph	<u>iso</u> Pr	n _D ²⁴ 1.553
65	T	<u>t</u> Bu	3-pentilo	p.e. 112° C/ 0,05 torr
66	T	<u>t</u> Bu	2,5-(MeO) ₂ .C ₆ H ₃	98
67	Im	<u>t</u> Bu	1-naftilo	133-135
68	T	<u>t</u> Bu	2-naftilo	80-83 después 95-101
69	Im	<u>t</u> Bu	2-naftilo	91-100
70	T	<u>t</u> Bu	3,4-(MeO) ₂ .C ₆ H ₃	aceite
71	Im	<u>t</u> Bu	3,4-(MeO) ₂ .C ₆ H ₃	aceite
72	Im	<u>t</u> Bu	<u>m</u> -Me.C ₆ H ₄	78
73	T	<u>t</u> Bu	4-MeO-1-naftilo	143-148
74	T	<u>t</u> Bu	2-PhCH ₂ O.C ₆ H ₄	aceite
75	T	<u>t</u> Bu	2-PrO-3-MeO.C ₆ H ₃	aceite
76	T	adamantilo	2-MeO.C ₆ H ₄	136
77	T	<u>t</u> Bu	3-Me.C ₆ H ₄	48
78	T	<u>t</u> Bu	2-PhCH ₂ O-5-MeO. C ₆ H ₃	100
79	T	<u>t</u> Bu	2-iso PrO-3-MeO C ₆ H ₃	aceite

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de Fusión ° C.
80	T	<u>t</u> Bu	2-iso Pro-5-MeO. C ₆ H ₃	aceite
81	T	<u>t</u> Bu	2-MeO-6-Cl.C ₆ H ₃	aceite
82	Im	<u>t</u> Bu	2,4,6-Me ₃ .C ₆ H ₂	81-83
83	Im	<u>t</u> Bu	2-MeO-6-Cl.C ₆ H ₃	aceite
84	T	<u>t</u> Bu	2-PrO.C ₆ H ₄	aceite
85	Im	<u>t</u> Bu	2-PrO.C ₆ H ₄	67-69
86	Im	<u>t</u> Bu	2- <u>iso</u> PrO-3-MeO. C ₆ H ₃	92
87	Im	<u>t</u> Bu	2-iso PrO-3-MeO. C ₆ H ₃	aceite
88	Im	<u>t</u> Bu	2-EtO-3-MeO.C ₆ H ₃	aceite
89	T	<u>t</u> Bu	2-NO ₂ .C ₆ H ₄	118-120
90	T	<u>t</u> Bu	3-Br.C ₆ H ₄	87-89
91	T	Bu	2-Cl.C ₆ H ₄	aceite
92	T	<u>t</u> Bu	2,6-Me ₂ .C ₆ H ₃	72-80
93	T	<u>t</u> Bu	2-MeO-1-naftilo	150-152
94	Im	<u>t</u> Bu	2,6-Me ₂ .C ₆ H ₃	102-103
95	T	<u>t</u> Bu	2-Br-5-MeO.C ₆ H ₃	112-114
96	T	<u>t</u> Bu	2-CF ₃ .C ₆ H ₄	65-67
97	T	<u>t</u> Bu	2-iso PrO-5-Br. C ₆ H ₃	118-119

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
98	Im	<u>t</u> Bu	2-CF ₃ .C ₆ H ₄	91-93
99	T	<u>t</u> Bu	<u>o</u> -HCO ₂ CH ₂ O.C ₆ H ₄	157-159
100	Im	<u>t</u> Bu	2-iso PrO.C ₆ H ₄	83-85
101	T	<u>t</u> Bu	4-EtO-3-MeO.C ₆ H ₃	aceite
102	Im	<u>t</u> Bu	2-MeO-1-naftilo	88-96
103	T	<u>t</u> Bu	2-Cl-5-EtO.C ₆ H ₃	91-92
104	Im	<u>t</u> Bu	2- <u>iso</u> BuO.C ₆ H ₄	73-75
105	T	<u>t</u> Bu	2- <u>iso</u> PrO.C ₆ H ₄	62-63
106	T	<u>t</u> Bu	2-Me ₂ N $\begin{array}{c} \text{C} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ CH ₂ O.C ₆ H ₄	121-122
107	T	<u>t</u> Bu	2-CHF ₂ CF ₂ O.C ₆ H ₄	aceite
108	Im	<u>t</u> Bu	2,4-Me ₂ .C ₆ H ₃	78
109	T	<u>t</u> Bu	2- <u>iso</u> Pr.C ₆ H ₄	aceite
110	Im	<u>t</u> Bu	2- <u>iso</u> Pr.C ₆ H ₄	aceite
111	T	<u>t</u> Bu	2,3-Me ₂ .C ₆ H ₃	aceite
112	Im	<u>t</u> Bu	2,3-Me ₂ .C ₆ H ₃	88-90
113	T	<u>t</u> Bu	5-Cl-2-Me.C ₆ H ₃	114-115
114	Im	<u>t</u> Bu	5-Cl-2-Me.C ₆ H ₃	109-110
115	Im	<u>t</u> Bu	5-Cl-2-EtO.C ₆ H ₃	97-99
116	T	<u>t</u> Bu	5-Cl-2-MeO.C ₆ H ₃	125-126

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión ° C.
117	T	<u>t</u> Bu	2-Cl-5-MeO.C ₆ H ₃	65-67
118	T	<u>t</u> Bu	3-CHF ₂ CF ₂ O.C ₆ H ₄	aceite
119	T	<u>t</u> Bu	2-HexO-5-MeO.C ₆ H ₃	aceite
120	T	<u>t</u> Bu	2,3,4-(MeO) ₃ .C ₆ H ₂	117-118
121	T	<u>t</u> Bu	2,4-Me ₂ .C ₆ H ₃	aceite
122	T	<u>t</u> Bu	2-Ph.C ₆ H ₄	137-139
123	I	<u>t</u> Bu	2-Ph.C ₆ H ₄	93-95
124	T	<u>t</u> Bu	2-EtOCH ₂ CH ₂ O.C ₆ H ₄	aceite
125	T	<u>t</u> Bu	2-(T-CH=CH).C ₆ H ₄	129-132
126	T	<u>t</u> Bu	2-MeO-3,5-Cl ₂ .C ₆ H ₂	aceite
127	Im	<u>t</u> Bu	2,3,4-(MeO) ₃ .C ₆ H ₂	aceite
128	T	<u>t</u> Bu	5-Br-2-EtO-3-MeO. C ₆ H ₂	aceite
129	T	<u>ciclopropilo</u>	2-MeO.C ₆ H ₄	aceite
130	T	<u>t</u> Bu	2-MeS.C ₆ H ₄	85-86
131	T	<u>t</u> Bu	3,5-Br ₂ -2-MeO.C ₆ H ₂	aceite
132	Im	<u>t</u> Bu	Ph	PTS 194-196
133	T	<u>t</u> Bu	2-Et.C ₆ H ₄	aceite
134	Im	<u>t</u> Bu	2-Et.C ₆ H ₄	95-96
135	T	<u>t</u> Bu	2-MeO.CO.CH ₂ O.C ₆ H ₄	89-91

TABLA I (Continuación)

Compuesto No.	X	R ¹	R ²	Punto de fusión a C.
136	T	<u>t</u> Bu	2-EtO.COCH ₂ O.C ₆ H ₄	82-84
137	T	<u>t</u> Bu	2-iso BuO-5-Br. C ₆ H ₃	99-102
138	T	<u>t</u> Bu	2-iso BuO	aceite
139	T	<u>t</u> Bu	2-Br-5-EtO.C ₆ H ₃	86-88
140	T	<u>t</u> Bu	2-EtO-5-Cl.C ₆ H ₃	114-116

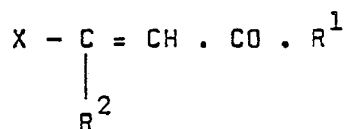
La lista siguiente da el significado de algunos símbolos usados en la Tabla I.

- Im : 1-imidazolilo
 T : 1-(1,2,4-triazolil)
 5 Me : metilo
 Et : etilo
 Pr : propilo
 Bu : butilo
 Hex : hexilo
 10 Ph : fenilo
 PTS : p-tolueno sulfonato

En la columna de los puntos de fusión dada en la Tabla I, una cifra precedida por las letras PTS significa que el punto de fusión dado es el de la sal p-tolueno sulfonato del compuesto.
 15

Los compuestos No. 9 y 36 de la Tabla I son un par de isómeros cis y trans. Este es también el caso de los compuestos 17 y 29.

Según otro aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para destruir o dañar severamente plantas indeseadas, que comprende en aplicar a las plantas, o el medio en que crecen, un compuesto de fórmula:



(I)

en la que X, R¹ y R² se definen como precedentemente.

Como podrá apreciarse por los peritos en la materia, la cantidad de compuesto (I) aplicada dependerá de una variedad de factores, por ejemplo del compuesto particular elegido para el uso y de la identidad de las plantas indeseadas como guía general, no obstante, una proporción de 0,25 a 10 kilos por hectárea es conveniente usualmente, siendo una proporción de 0,5 a 5 kilos por hectárea preferida.

Muchos de los compuestos de la invención son herbicidas de amplio espectro, es decir, son tóxicos para una gran variedad de especies de plantas. Una cualidad apreciable de los compuestos de la invención es la de que son frecuentemente efectivos en el control de hierbajos Cyperus rotundus, Una especie que es difícil de controlar con herbicidas conocidos. Ejemplos de compuestos efectivos contra Cyperus rotundus incluyen compuestos Nos. 6 y 9 de la Tabla I.

Algunos compuestos de la invención son relativamente poco tóxicos con respecto de determinadas plantas de cosechas y pueden ser usados como herbicidas selectivos para inhibir el crecimiento de hierbajos en tales cosechas.

Compuestos que pueden ser usados como herbicidas selectivos en colza oleaginosa, por ejemplo, incluyen compuestos 38 y 58 de la Tabla I. Preferentemente estos compuestos se usan como tratamiento post-brote, es decir, se aplican preferentemente tras el brote de la cosecha en el suelo. Proporciones de aplicación preferidas son de 1 a 4 kilogramos por hectárea.

Compuestos que pueden ser usados como herbicidas selectivos en maíz incluyen compuestos 7 y 18 de la Tabla I. Preferentemente los compuestos se usan en tratamiento de pre-brote a proporciones de 1 a 4 kilogramos por hectárea.

Compuestos que pueden ser usados como herbicidas selectivos en glicina incluyen compuestos Nos. 7, 50 y 51. Los compuestos 50 y 51 son preferiblemente aplicados como tratamientos pre-brote y el compuesto 51 como tratamiento post-brote. Proporciones de aplicación son preferentemente de 1 a 4 kilogramos por hectárea.

Compuestos que pueden ser usados como herbicidas selectivos en arroz incluyen el compuesto No. 18 de la Tabla I. Preferentemente el compuesto 18 es aplicado en tratamiento pre-brote a 1 a 4 kilogramos por hectárea. El compuesto No. 18 puede usarse también como herbicida selectivo en cosechas de sorgo y cebada.

Los compuestos usados en el procedimiento de la invención se aplican preferentemente en forma de composición, en la que el ingrediente activo está mezclado con un diluyente o vehículo. Según otro aspecto, por tanto, la invención proporciona una composición herbicida, que comprende como ingrediente activo un compuesto de fórmula (I) como anteriormente se ha definido, en mezcla con un diluyente sólido o líquido.

do. Preferentemente la composición comprende también un agente de superficie activa.

5 Las composiciones sólidas de la invención pueden presentarse por ejemplo, en forma de polvos espolvoreables, o pueden tomar la forma de granulados. Diluyentes sólidos adecuados incluyen, por ejemplo, caolin, bentonita, kieslgur, dolomita, carbonato de calcio, talco, magnesia en polvo y tierra de Fuller.

10 Composiciones sólidas pueden estar también en forma de polvos dispersables o gránulos que comprenden en adición al ingrediente activo, un agente humectante para facilitar la dispersión de los polvos o gránulos en líquidos. Tales polvos o gránulos pueden incluir cargas, agentes de suspensión y semejantes.

15 Las composiciones líquidas incluyen soluciones acuosas, dispersiones y emulsiones que contienen el ingrediente activo preferentemente en presencia de uno o mas agentes de superficie activa. Agua o líquidos orgánicos pueden usarse para preparar soluciones, dispersiones o emulsiones del ingrediente activo. Las composiciones líquidas de la invención pueden contener también uno o mas inhibiciones de la corrosión por ejemplo bromuro de lauril isoquinolinium.

25 Agentes de superficie activa pueden ser del tipo catiónico, aniónico o no iónico. Agentes del tipo catiónico convenientes incluyen por ejemplo compuestos de amonio cuaternario, por ejemplo bromuro de cetiltrimetilamonium. Agentes del tipo aniónico convenientes incluyen por ejemplo jabones, sales o mono-ésteres alifáticos del ácido sulfúrico, por ejemplo lauril sulfato de sodio; y sales de compuestos aromáticos sulfonados, por ejemplo dodecibencenosulfonato, ligno-

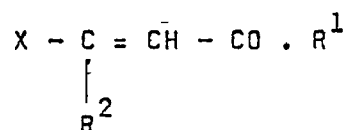
30

sulfonato de sodio, calcio y amonio, butilnaftelano sulfonato y mezclas de las sales de sodio de ácido diisopropil y triisopropil-naftalenosulfónico. Agentes de tipo no iónico adecuados incluyen por ejemplo, los productos de condensación del óxido de etileno con alcoholes grasos tales como alcohol oleíco y alcohol cetílico, o con alquil fenoles tales como octilfenol, nonil-fenol y octil-cresol. Otros agentes no iónicos son los ésteres parciales derivados de ácidos grasos de cadena larga y anhídridos de hexitol, por ejemplo monolaurato de sorbitol; los productos de condensación de dichos ésteres parciales con óxido de etileno y las lecitinas.

Las composiciones que deben usarse en forma de soluciones acuosas, dispersiones o emulsiones se suministran generalmente en forma de concentrados que contienen una elevada proporción del ingrediente activo, siendo diluído con agua el concentrado antes de ser usado. Estos concentrados son requeridos usualmente para resistir el almacenaje durante largos períodos de tiempo y tras dicho almacenaje ser capaces de dilución con agua para formar preparaciones acuosas que sean homogéneas durante un tiempo suficiente que permita su aplicación por equipos de aplicación por spray convencionales. En general los concentrados pueden contener convenientemente de 10 a 85 % y preferentemente de 25 a 60 % en peso del ingrediente activo. Preparaciones diluídas listas para ser usadas pueden contener cantidades variables de ingrediente activo, dependiendo del propósito para el cual deben emplearse; no obstante, preparaciones diluídas adecuadas para muchos usos contiene entre 0,01 % y 10 % y preferentemente entre 0,1 % y 1 % en peso de ingrediente activo.

En otro aspecto, la invención proporciona un pro

cedimiento para la obtención de compuestos de fórmula:



en la que X, R¹ y R² tienen los significados anteriormente indicados en esta descripción.

5 Un esquema de reacción adecuado es el siguiente. Imidazol ó 1,2,4-triazol se trata con una base para formar un anión y este último se hace reaccionar entonces con una cetona alfa,beta-dihalogenada para dar los compuestos requeridos. El halógeno en la cetona alfa,beta-dihalogenada es preferente

10 mente bromo o cloro.

 La primera etapa de la reacción, en la que el imidazol o el 1,2,4-triazol se trata con una base, se efectúa preferentemente en un diluyente. Diluyentes adecuados incluyen disolventes apróticos, por ejemplo hidrocarburos y ésteres, y en particular dimetilformamida. Convenientemente la base empleada para formar el anión es un hidruro de metal alcalino, por ejemplo hidruro de sodio. La formación del anión por tratamiento con base es efectuado preferentemente a temperatura ambiente o menor. La mezcla de reacción que contiene

15 el anión puede ser usada convenientemente directamente en la reacción subsecuente. La reacción subsecuente con la cetona alfa,beta-dihalogenada se efectúa preferentemente a temperatura elevada, por ejemplo a 100 a 120° C. El producto puede ser aislado por métodos convencionales, por ejemplo por vertido

20 de la mezcla de reacción en agua, extracción con un disolvente orgánico, evaporación de los extractos, y purificación del

25

residuo por métodos convencionales, por ejemplo recristalización. El disolvente para la reacción con la dihalógeno cetona puede ser convenientemente el mismo en el que se ha preparado el anión.

5 Las dihalógeno cetonas necesarias como materiales de partida son compuestos conocidos o pueden ser preparados por procedimientos conocidos en sí mismos, por ejemplo por adición de bromo o cloro a las cetonas insaturadas adecuadas.

10 Otro aspecto de la presente invención es el de proporcionar compuestos de fórmula (I) preparados por el procedimiento anteriormente descrito.

15 La invención se ilustra en los ejemplos siguientes, en los que todas las partes son en peso y todas las temperaturas en grados centígrados a menos que se indique otra cosa.

EJEMPLO 1

Este Ejemplo ilustra la preparación de los compuestos Nos. 3 de la Tabla I.

20 1,2,4-triazol (4,64 g.) en dimetilformamida anhidra (10 ml.) se agregaron lentamente a una suspensión de hidru
ro de sodio (2,88 g. de dispersión en aceite mineral al 50 %, lavado libre de aceite con petróleo anhidro) en dimetilformamida anhidra (10 ml.) con refrigeración y agitación. Una solu
25 ción de 1-benzoil-1,2-dibromo-2-(o-clorofenil)etano (8,45 g.) en dimetilformamida anhidra (10 ml.) se agregó entonces y la mezcla se calentó a 100° C. durante 1 hora. La mezcla se vir
tió en agua helada (1 litro) y se extrajo con éter. Los extractos etéreos se secaron y se evaporaron para dar un aceite

amarillo. Este se disolvió en hexano y la solución se enfrió a -15° C. Los cristales amarillos claros se filtraron para dar 1-benzoil-2-o-clorofenil-2-(1,2,4-triazol-1-il)-etileno (compuesto No. 3 de la Tabla I) que tiene un punto de fusión de $79 - 81^{\circ}$ C.

EJEMPLO 2

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 2 de la Tabla I.

1,2,4-triazol (1,5 g.) en dimetilformamida anhidra (5 ml.) se agregó lentamente a una suspensión de hidruro de sodio (1,04 g. de suspensión en aceite al 50 %, lavada libre de aceite con petróleo anhidro) en dimetilformamida anhidra con refrigeración y bajo agitación. Una solución de 1-o-clorofenil-1,2,3-dibromo-3-pivaloil etano (2,8 g.) en dimetilformamida anhidra (5,0 ml.) se agregó a la mezcla calentada a 100° C. durante 1 hora. La mezcla se vertió en agua helada (500 ml.) y la mezcla se extrajo con éter. Los extractos etéreos se secaron y se evaporaron para dar un aceite amarillo pálido. El aceite se disolvió en hexano y se enfrió a -15° C. Las agujas amarillas de 1-o-clorofenil-1-(1,2,4-triazol-1-il)-2-pivaloil-etileno (compuesto No. 2 de la Tabla I) se recogieron y presentaban un punto de fusión de $53 - 55^{\circ}$ C.

EJEMPLO 3

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 1 de la Tabla I.

2,2-dimetil-5-fenilpent-4-eno-3-ona (9,48 g.) en tetracloruro de carbono (60 ml.) se trató por goteo con bromo (8,0 g.). La solución se evaporó en vacío y el residuo

amarillo pálido de 4,5-dibromo-2,2-dimetil-5-fenilpent-3-ona (12,6 g.) recogido. El compuesto dibromado así separado (6,96 g.) se disolvió en dimetilformamida anhidra (20 ml.) y se agregó por goteo a una mezcla obtenida por adición de 1,2,4-triazol (2,76 g.) a una suspensión de hidruro de sodio (1,92 g. de dispersión en aceite mineral al 50 %, lavada libre de aceite con petróleo anhidro) en dimetilformamida (10 ml.). La mezcla resultante se calentó en un baño de vapor durante 15 minutos y se vertió en agua helada (200 ml.). La mezcla se extrajo con éter y los extractos etéreos se secaron y se evaporaron para dar un aceite amarillo pálido. Este aceite cristaliza a partir de petróleo para dar 2,2-dimetil-5-fenil-5-(1,2,4-triazol-1-il)pent-4-eno-3-ona (compuesto No. 1 de la Tabla I) que tiene un punto de fusión de 70 - 73° C.

15

EJEMPLO 4

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 6 de la Tabla I.

Una solución de hidróxido de sodio (20 g.) en agua (100 ml.) se agregó por goteo y bajo agitación a una solución de 2-metoxibenzaldehído (65 g.) y 2,2-dimetil-butan-3-ona (50 g.) en etanol (100 ml.). La mezcla se agitó a temperatura ambiente durante 16 horas y entonces se extrajo con éter (200 ml., después 2 x 100 ml.). Los extractos etéreos se lavaron con ácido clorhídrico diluído (100 ml.) y después con agua (3 x 100 ml.), se secaron sobre sulfato de amnesio y se evaporaron bajo presión reducida para dar un aceite amarillo. Este aceite se destiló y el destilado que hierve a 105 - 115° C/0,2 Torr se recogió. En una etapa de purificación alternativa, el aceite se disolvió en petróleo (500 ml.) (p.e. 40 - 60°

C.) y mantenida a -10° C. durante varios días. El producto se paró como un sólido cristalino de punto de fusión $34 - 36^{\circ}$ C.

La cetona insaturada así preparada (31,2 g.) se calentó bajo reflujo en tetracloruro de carbono (180 ml.) con agitación mientras que se añadía bromo (24,0 g.) por goteo a tal velocidad que la solución permanecía prácticamente incolora durante la adición. La solución resultante se enfrió a temperatura ambiente y se evaporó bajo presión reducida. El sólido casi blanco remanente se recristaliza a partir de hexano (500 ml.) que contiene cloroformo (10 ml.) para dar el compuesto alfa-beta-dibromado con un punto de fusión de $116 - 118^{\circ}$ C.

Una solución de 1,2,4-triazol (8,28 g.) en dimetilformamida anhidra (35 ml.) se agregó lentamente a una suspensión de hidruro de sodio (5,76 g. de dispersión en aceite mineral al 50 % lavada libre de aceite con hexano) en dimetilformamida anhidra (25 ml.) bajo agitación. Una solución del compuesto alfa-beta-dibromado preparado anteriormente (14,74 g.) en dimetilformamida anhidra (40 ml.) se agregó entonces por goteo y la mezcla subsecuentemente calentada a 100° C. durante 1 hora. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente y se vertió en agua helada (500 ml.) y se extrajo con éter (100 ml., a continuación 2 x 50 ml.). Los extractos etéreos se lavaron con agua (3 x 100 ml.), se secaron con sulfato de magnesio y se evaporaron para dar un aceite amarillo (11,7 g.) Este se disolvió en hexano y se almacenó a -10° C. durante la noche. El sólido amarillo que se separó se identificó como el compuesto No. 6 de la Tabla 1, con un punto de fusión de $80 - 85^{\circ}$ C.

La sal p-toluenosulfonato del compuesto No. 6 se preparó como sigue:

Acido tolueno-4-sulfónico monohidratado (4,2 g.) y tolueno (30 ml.) se calentaron bajo reflujo en un aparato de Dean y Stark hasta que todo el agua se hubo eliminado azeotropicamente. El compuesto No. 6 preparado anteriormente se mezcló con la solución de tolueno para dar una solución amarilla que cristaliza al enfriar. El sólido se recogió y se lavó con petróleo (p.e. 40 - 60° C.) para dar la sal p-tolueno sulfonato del compuesto No. 6. Esta se recrystalizó a partir de etanol para dar un producto que fundía a 162 - 163° C. El compuesto libre No. 6 se regeneró por adición de etanol (5 ml.) a la sal p-tolueno sulfonato, seguido de agua (45 ml.) y amoníaco concentrado (5 ml.). La suspensión se agitó durante 15 minutos y se filtró para dar el compuesto No. 6 purificado, que tiene un punto de fusión de 95,5 - 96,5° C.

EJEMPLO 5

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 57 de la Tabla I.

Imidazol (10,2 g.) en dimetilformamida anhidra (40 ml.) se agregó bajo agitación a una suspensión de hidruro de sodio (6,9 g. de dispersión en aceite mineral al 50 %, lavada libre de aceite con hexano) en dimetilformamida anhidra. Una solución de 1,2-dibromo-4,4-dimetil-1-(2-metilfenil)-pentan-3-ona (18,1 g.) en dimetilformamida anhidra se agregó entonces por goteo y la mezcla se calentó a 100° C. durante 1 hora. La mezcla de reacción se dejó enfriar a temperatura ambiente y se vertió en agua helada (600 ml.). El sólido casi blanco se recogió, secó y recrystalizó a partir de petróleo (p.e. 80 - 100° C.) para dar el compuesto No. 57 con un punto de fusión de 87 - 88° C.

EJEMPLO 6

Este Ejemplo ilustra la preparación de un complejo metálico según la invención. Una solución caliente de cloruro de zinc (0,068 g.) en etanol (4 ml.) se agregó a una solución del compuesto No. 29 de la Tabla I (0,275 g.) en etanol caliente (5 ml.). La solución resultante se agitó durante 15 minutos y el complejo de zinc amarillo se filtró y se secó. El complejo tiene un punto de fusión de 189 - 191° C. El análisis elemental indica un complejo que contiene 2 moles de compuesto No. 29 por cada mol de cloruro de zinc.

EJEMPLO 7

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 117 de la Tabla I.

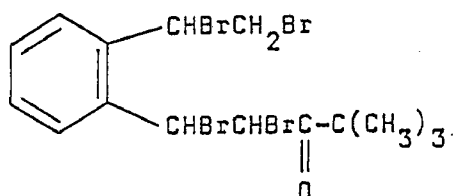
Se pasó una corriente lenta de cloro a través de una solución de 2,2-dimetil-5-(3-metoxifenil)pent-4-en-3-ona (10 g.) en cloroformo (50 ml.) con agitación y refrigeración por debajo de 10° C. La solución resultante se evaporó bajo presión reducida para dar un aceite que se almacena para dar un sólido blanco. Este se lavó con petróleo (p.e. 30 -40° C.) para dar 1,2-dicloro-4,4-dimetil-1-(2-cloro-5-metoxifenil)-pentan-3-ona que tiene un punto de fusión de 94 - 98° C. Este compuesto diclorado se hizo reaccionar con 1,2,4-triazol tratado con hidruro de sodio en dimetilformamida anhidra en la forma descrita en los Ejemplos anteriores para dar el compuesto No. 117.

EJEMPLO 8

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 125 de la Tabla I.

Pinacolona (11 g.) se agregó a una solución de sodio (2,3 g.) en etanol (50 ml.). Se agregó entonces 2-(2-cloroetil)-benzaldehído (16,8 g.) y la mezcla se calentó bajo reflujo durante 3 horas. El disolvente se eliminó y el residuo se sacudió con éter y agua. La solución etérea se evaporó para dar un aceite que destilaba a 118 - 120° C./0,05 Torr. El destilado cristalizado se decantó y tiene un punto de fusión de 27 - 30° C. Este material se identificó como 5-(2-vinilfenil)-2,2-dimetil-pent-4-en-3-ona.

El derivado penten-3-ona anterior (5,03 g.) se disolvió en tetracloruro de carbono (25 ml.) y una solución de bromo (8 g.) en tetracloruro de carbono se agregó por goteo con agitación. Al final de la adición la mezcla se dejó reposar durante 30 minutos y entonces se eliminó el disolvente. El residuo se recrystalizó a partir de petróleo para dar el compuesto tetra-bromado de fórmula:



El compuesto tetra-bromado así preparado (5,34 g.) en dimetilformamida anhidra (10 ml.) se agregó a una solución preparada por adición de hidruro de sodio (1,2 g.) a dimetilformamida anhidra, mezclando una solución de triazol (3,45 g.) en dimetilformamida (20 ml.), dejando la mezcla durante 25 minutos y enfriando la mezcla a 0° C. La mezcla se dejó calentar a temperatura ambiente y después se calentó en baño de vapor durante 12 horas.

La mezcla se enfrió, se virtió en agua, y se ex
trajo con tres porciones de éter. Los extractos etéreos se la
varon con agua, se secaron y se evaporaron para dar un aceite.
El aceite se disolvió en petróleo (p.e. 30 - 40° C.) y se en-
5 frió en un refrigerador. El producto (compuesto No. 125) sepa
rado como cristales amarillo pálido tenía un punto de fusión
de 129 - 132° C.

EJEMPLO 9

Este Ejemplo ilustra la preparación del compues
10 to No. 20.

Una solución de 1,2,4-triazol (0,69 g.) en dime
tilformamida anhidra (5 ml.) se agregó por goteo a una suspen
sión de hidruro de sodio (0,24 g.) en dimetilformamida anhi-
dra (5 ml.). La solución se calentó hasta que cesó la eferves
15 cencia y entonces se enfrió a temperatura ambiente. Una solu-
ción de 5-cloro-2-metil-5-fenilpent-4-en-3-ona (2,08 g.) en
dimetilformamida anhidra (5 ml.) se agregó entonces y la mez-
cla se agitó durante la noche. La suspensión se virtió en
agua, y se extrajo con éter. Los extractos etéreos se lavaron
20 con agua, se secaron y se evaporaron para dar un aceite amari-
llo. Este se recogió en tolueno y se agregó a una solución de
ácido p-tolueno sulfónico (1,18 g.) en tolueno (50 ml.) y eta
nol (5 ml.). Algo del disolvente se destiló y la solución re-
manente se enfrió. El sólido amarillo separado se recristali-
zó a partir de una mezcla de cloroformo y hexano para dar la
25 sal p-tolueno sulfonato (compuesto No. 20) como cristales
blancos.

EJEMPLO 10

Este Ejemplo ilustra la preparación del compuesto No. 99 de la Tabla I.

5 Una solución de 5-(2-carboximetoxifenil)-2,2-dimetil-ent-4-en-3-ona (32,82 g.) en éter anhidro (150 ml.) mezclado con cloroformo (37,5 ml.) se trató por goteo con bromo (6,47 g.) a 09 C. bajo agitación. Treinta minutos después de que la adición fue completa, se eliminó el disolvente y el residuo se recristalizó a partir de tolueno/hexano para dar el derivado dibromado, con un punto de fusión de 165 - 166^o C.

10 Hidruro sódico (4,8 g.) en dimetilformamida anhidra (40 ml.) se trató con 1,2,4-triazol (13,8 g.) en dimetilformamida anhidra (30 ml.) por goteo bajo agitación a temperatura ambiente. Cuando cesó la efervescencia, el compuesto dibromado preparado anteriormente (20,0 g.) se agregó a la solución en dimetilformamida anhidra (30 ml.) y la mezcla se calentó a 100^o C. durante 3 horas. La solución se enfrió y se eliminaron aproximadamente dos tercios del disolvente. Agua (25 ml.) se agregó y la solución acuosa se lavó con éter y después se acidificó con ácido clorhídrico 2 M. La solución acidificada se extrajo con éter y los extractos secados y evaporados para dar un sólido blanco. Este se recristalizó a partir de una mezcla de cloroformo y petróleo (p.e. 60 - 80^o C.) para dar el compuesto No. 99.

25 El éster metílico (compuesto No. 135 del compuesto No. 99 se preparó por esterificación del compuesto No. 99 con metanol y ácido sulfúrico en la forma convencional para ésteres metílicos.

EJEMPLO 11

Este Ejemplo describe la preparación de 2,2-dimetil-3-oxo-6-etil-4-octeno, requerido como intermedio para la preparación del compuesto No. 65 de la Tabla I.

5 3,3-dimetil-2-oxobutilfosfonato de dimetilo (4 g.) se disolvió en tetrahidrofurano anhidro (40 ml.) y una cantidad equimolar de hidruro de sodio fue agregada. La mezcla se agitó durante 30 minutos aproximadamente y una cantidad equimolar de 2-etilbutirilaldehído agregada. La mezcla se calentó bajo reflujo durante 6 horas, y entonces se vertió en agua. La solución acuosa se extrajo con diclorometano y los extractos se lavaron con salmuera, se secaron sobre sulfato de magnesio, y se evaporaron para dar el compuesto requerido como aceite practicamente incoloro. Este se usó sin purificación adicional para preparar el compuesto No. 65, siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo 3 para la preparación del compuesto No. 5 de la Tabla I.

10

15

EJEMPLO 12

Este Ejemplo ilustra las propiedades herbicidas de los compuestos usados en el procedimiento de la invención. Cada compuesto (0,12 g.) se formuló para el ensayo por mezcla do del mismo con 5 ml. de una emulsión preparada por dilución de 100 ml. de una solución que contiene 21,8 gramos por litro de Span 80 y 78,2 gramos por litro de Tween 20 en metilciclohexano hasta 500 ml. con agua. Span 80 en una Marca Registrada para un agente tensio-activo que comprende monolaurato de sorbitan. Tween 20 es una Marca Registrada para un agente ten sio-activo que comprende un condensado de 20 proporciones mo- lares de óxido de etileno con mono-oleato de sorbitan. La mez

20

25

cla del compuesto y de la emulsión se sacudió con cuentas de vidrio y se diluyó a 12 ml. con agua.

5 La composición de spray así preparada se aplicó por spray a tiestos de plantas jóvenes (ensayo post-brote) de las especies indicados en la Tabla 2 siguiente, a una proporción equivalente a 1.000 litros por hectárea (10 kilogramos de compuesto de ensayo por hectárea). Se ensayó la destrucción de plantas 14 días después del tratamiento con spray por comparación con plantas no tratadas, en una escala de 0 a 3, 10 0 representa ningún efecto y 3 representa una destrucción del 75 al 100 %. En un ensayo para la actividad pre-brote, semillas de las especies ensayadas se colocaron en la superficie de semilleros de fibra y se trataron por spray con las composiciones a una proporción de 1.000 litros por hectárea. Las 15 semillas se cubrieron de nuevo con tierra. Tres semanas después del tratamiento con spray, las plantículas en los semilleros de fibra tratados por spray se compraron con las plantículas en semilleros testigos sin tratamiento con spray, la destrucción se determinó en la misma escala de 0 a 3. Los resultados están dados en las Tablas 2 y 3 siguientes. 20

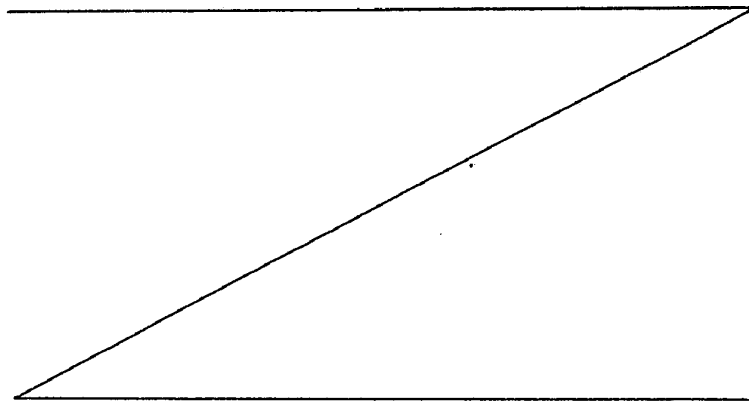


TABLA 2

RESULTADOS EN POST-BROTE

Compuesto No.	Lechuga	Tomate	Avena Fatua	Lolium Perenne	Cyperus Rotundus	Setaria Viridis
1	3	3	0	0	0	
2	3	3	0	1	0	
3	3	3	0	0	0	0
4	3	1	0	0	0	1
5	3	3	2	1	0	3
6	3	2	0	3	1	3
7	3	2	0	0	0	3
8	2	3	1	0	0	3
9	3	3	2	3	1	3
10	3	3	1	2	3	3
11	3	3	0	0	0	3
12	3	3	0	3	1	3
13	3	3	0	0	0	3
14	3	2	0	1	1	3
15	3	3	0	1	1	2
16	3	3	0	1	0	3
17	3	3	0	1	0	2
18	3	3	0	0	1	3
19	3	3	0	2	1	2
20	2	2	0	0	0	1
21	3	3	0	1	0	2
22	3	2	0	0	0	1
23	3	2	1	1	0	1
24	3	1	0	3	0	1

Tabla 2 (Continuación)

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	Lechuga	Tomate	Avena Fatua	Lolium Perenne	Cyperus Rotundus	Setaria Viridis
25	3	3	0	2	1	2
26	3	2	0	0	1	3
27	3	3	0	0	1	0
28	3	3	0	2	2	3
29	0	0	0	0	0	0
30	3	3	1	0	0	1
31	3	2	0	0	0	2
32	3	3	1	0	0	1
33	3	3	1	0	0	1
34	3	3	0	0	1	3
35	2	3	0	2	2	3
36	3	3	0	2	2	3
37	2	3	0	2	1	3
38	2	3	0	2	3	3
39	1	2	1	1	0	2
51	3	3	1	2	2	3
64	3	1	0	0	0	1
65	2	1	0	0	0	1

TABLA 3

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	Lechuga	Tomate	Avena	Lolium Perenne	Cyperus Rotundus	Setaria Viridis
1	3	2	2	3	3	
2	3	3	3	3	3	3
3	3	3	3	3	3	3
4	3	2	2	3	0	2
5	3	3	3	3	3	3
6	3	3	3	3	3	3
7		3	3	3	0	3
8		3	3	3	2	3
9		3	3	3	3	3
10	3	3	3	3		3
11	3	3	3	3	3	3
12	3	3	3	3		3
13	3	3	0	3	0	3
14	3	3	0	1		
15	3	3	2	3		3
16	3	3	3	3		3
17	2	3	3	3	0	3
18	3	3	3	3		3
19	3	3	3	3	3	3
20	3	3	3	3	3	3
21	3	3	3	3	3	3
22	3	3	2	3	3	2
23	3	3	3	3	3	3
24	3	3	3	3	1	3

TABLA 3 (Continuación)

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	Lechuga	Tomate	Avena	Lolium Perenne	Cyperus Rotundus	Setaria Viridis
25	3	3	3	3	3	3
26	3	3	3	3	3	3
27	3	3	2	3	3	3
28	3	3	3	3	3	3
29	2	2	0	1	0	3
30	3	3	3	3	3	3
31	3	2	3	3	3	3
32	3	2	3	2	3	3
33	3	3	1	3	3	2
34	2	3	1	3	3	3
35	3	3	3	3	3	3
36	3	3	3	3	3	3
37	3	3	3	3	3	3
38	3	3	3	3	3	3
39	3	3	3	3	3	3
42	2	3	2	3	2	3
43	2	1	3	3	1	3
51	3	3	3	3	3	3
64	3	2	1	1	2	1
65	3	3	3	3	1	3

Los nombres de las plantas de ensayo eran los siguientes:

Le Lechuga

To Tomate

5 At/Av Avena de cultivo y Avena salvaje (Avena fatua)

La Avena salvaje se usa en el ensayo de post-brote y la avena de cultivo en el ensayo de pre-brote.

Dg Digitaria sanguinalis

Ll Lolium perenne (raigras perenne)

10 Cn Cyperus rotundus

EJEMPLO 13

Este Ejemplo ilustra las propiedades herbicidas de los compuestos usados en la invención en relación con un rango mas amplio de plantas de ensayo que en el ejemplo 12.

15 Los ensayos se efectuaron en forma similar a los del Ejemplo 12, pero se usó una proporción de aplicación inferior. Los compuestos se formularon por mezclado de la cantidad apropiada de cada compuesto con 5 ml. de una emulsión preparada por dilución de 160 ml. de una solución que contenía 21,8 gramos por litro de Span 80 y 78,2 gramos por litro de Tween 20 en metilciclohexanona hasta 500 ml. con agua. La mezcla de los

20 compuestos y la emulsión se sacudió con cuentas de vidrio y se diluyó hasta 40 ml. con agua. La destrucción de las plantas se determinó en la escala de 0 a 5 en la que 0 significa ningún daño a 20 % de daños y 5 significa destrucción comple-

25 ta. En la Tabla de resultados, en el caso de que no se den los resultados, esto significa que no se efectuó ningún ensayo. Los resultados están dados en las Tablas 4 y 5 siguientes.

TABLA 4

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	UW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO	XA	AB	CV	AV	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN	
40	1	1	1	2	3	3	1	3	3	3	2	3	4	4	3	4	0	4	0	3	4	4	1	1	0
41	0	1	1	2	2	2	2	2	3	3	0	3	4	2	3	3	0	4	0	0	0	3	3	0	0
45	1	1	0	2	0	0	0	2	2	3	0	3	3	3	2	2	0	0	0	0	0	0	1	0	0
46	3	1	2	4	4	3	2	3	2	4	3	3	3		2	2	0	4	3	4	2	2	0	2	
47	3	3	2	4	4	4	2	4	3	4	3	4	4		3	3	0	4	2	4	3	3	0	1	
48	1	3	2	4	1	4	1	3	3	4	3	4	3		3	3	0	1	1	2	0	0	0	0	
49	3	3	1	3	1	4	1	3	2	3	2	4	3		1	2	0	2	1	2	0	0	0	0	
50	2	3	1	4	3	4	3	4	3	4	3	4	4		3	3	3	4	3	4	4	3	2	2	
52	1	1	0	2	0	0	0	1	1	0	0	0	1	1	2	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
53	2	1	1	2	2	4	2	3	3	3	3	2	3	2	3	2	3	3	2	3	0	0	2	0	1
54	2	3	3	3	0	4	1	4	4	4	4	2	3	3	2	2	0	2	1	2	1	2	0	0	0
55	2	3	2	2	4	4	0	4	4	4	3	3	4	4	3	3	4	3	1	4	0	0	0	0	0
56	0	2	2	3	3	4	0	2	4	4	3	3	4	4	3	2	0	0	0	3	0	0	0	0	0
57	1	4	4	4	1	4	0	3	4	4	4	3	4	4	4	3	0	4	1	4	0	0	2	0	0
58	0	1	1	4	0	3	0	3	3	4	3	3	4	4	4	3	0	1	0	3	1	1	0	0	0
59	1	1	1	4	0	0	0	3	3	2	2	2	1	3	3	3	0	1	0	2	0	0	0	0	0
60	2	3	2	4	0	3	1	3	4	3	2	4	4	3	2	2	4	0	3	0	1	0	0	0	0
61	0	0	0	1	0	0	0	0	3	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
62	2	2	1	3	0	0	0	2	2	3	2	4	4	3	3	2	0	1	2	2	4	0	0	0	0
66	2	1	2	4	4	4	0	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4	4	3	4	3	3	1	2	2

TABLA 4

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO
40	1	1	1	2	3	3	1	3	3	3	2	3	4
41	0	1	1	2	2	2	2	2	3	3	0	3	4
45	1	1	0	2	0	0	0	2	2	3	0	3	3
46	3	1	2	4	4	3	2	3	2	4	3	3	3
47	3	3	2	4	4	4	2	4	3	4	3	4	4
48	1	3	2	4	1	4	1	3	3	4	3	4	3
49	3	3	1	3	1	4	1	3	2	3	2	4	3
50	2	3	1	4	3	4	3	4	3	4	3	4	4
52	1	1	0	2	0	0	0	1	1	0	0	0	1
53	2	1	1	2	2	4	2	3	3	3	3	2	3
54	2	3	3	3	0	4	1	4	4	4	4	2	3
55	2	3	2	2	4	4	0	4	4	4	3	3	4
56	0	2	2	3	3	4	0	2	4	4	3	3	4
57	1	4	4	4	1	4	0	3	4	4	4	3	4
58	0	1	1	4	0	3	0	3	3	4	3	3	4
59	1	1	1	4	0	0	0	3	3	2	2	2	1
60	2	3	2	4	0	3	1	3	4	3	2	4	4
61	0	0	0	1	0	0	0	0	3	0	0	1	0
62	2	2	1	3	0	0	0	2	2	3	2	4	4
66	2	1	2	4	4	4	0	4	4	4	4	4	4

CA	PO	XA	AB	CV	AV	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
3	4	4	3	4	0	4	0	3	4	1	1	0
3	4	2	3	3	0	4	0	0	3	3	0	0
3	3	3	2	2	0	0	0	0	0	1	0	0
3	3		2	2	0	4	3	4	2	2	0	2
4	4		3	3	0	4	2	4	3	3	0	1
4	3		3	3	0	1	1	2	0	0	0	0
4	3		1	2	0	2	1	2	0	0	0	0
4	4		3	3	3	4	3	4	4	3	2	2
0	1	1	2	1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	3	2	3	2	3	3	2	3	0	2	0	1
2	3	3	2	2	0	2	1	2	1	2	0	0
3	4	4	3	3	4	3	1	4	0	0	0	0
3	4	4	3	2	0	0	0	3	0	0	0	0
3	4	4	4	3	0	4	1	4	0	2	0	0
3	4	4	4	3	0	1	0	3	1	1	0	0
2	1	3	3	3	0	1	0	2	0	0	0	0
4	4	3	2	2	4	0	3	0	1	0	0	
1	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4	4	3	3	2	0	1	2	2	4	0	0	0
4	4	4	4	3	4	4	3	4	3	3	1	2

TABLA 4 (Continuación)

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO	XA	AB	CV	AV	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
67	2	2	2	4	4	3	1	4	4	4	3	2	4	4	4	4	1	4	0	4	2	2	0	0
68	0	1	3	3	3	1	0	0	4	3	3	3	2	3	4	4	0	2	0	2	3	1	0	0
69	0	2	2	4	3	1	0	1	4	3	2	0	3	2	2	0	2	0	3	0	1	0	0	0
70	1	1	2	4	0	1	0	2	4	1	2	2	2	2	4	4	0	1	0	1	1	1	0	0
71	1	0	1	3	0	0	0	1	0	2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
72	1	3	3	4	3	4	2	4	4	3	3	3	3	3	4	2	1	1	0	3	2	1	0	0
73	1	0	1	0	3	2	2	2	4	4	3	3	3	4	4	3	2	3	2	4	1	1	0	3
74	1	2	0	3	2	0	3	2	4	4	3	3	3	4	4	3	2	1	2	2	2	2	0	1
75	1	2	1	3	2	0	3	3	4	4	4	3	4	4	3	4	2	2	2	2	0	4	0	0
76	0	0	1	3	0	0	0	0	4	3	3	2	3	3	3	3	0	0	0	1	0	0	0	0
77	0	0	3	4	0	0	3	3	3	4	3	3	3	4	3	3	0	2	0	2	0	0	0	0
78	1	2	1	3	1	1	0	1	3	2	2	1	3	4	2	3	1	3	1	0	1	1	2	0
79	0	0	2	3	1	2	2	2	4	3	3	2	4	4	3	2	0	4	2	2	2	1	1	3
80	0	0	2	3	2	2	2	1	4	2	4	2	4	4	4	3	1	4	2	3	3	4	1	3
81	0	1	1	2	1	2	1	4	4	3	3	2	4	4	3	2	0	3	2	1	0	2	1	3
82	1	2	0	3	1	1	1	3	3	3	3	1	4	4	2	3	0	3	3	1	0	2	3	1
83	2	2	1	3	2	2	1	3	4	3	3	1	4	4	3	2	0	3	1	2	3	3	2	0
84	2	2	2	3	2	3	1	3	4	3	3	2	4	4	3	3	0	4	2	0	2	4	3	0
85	1	1	1	3	2	1	0	3	4	4	4	1	4	4	3	3	0	2	2	2	1	2	2	0
86	2	3	0	3	3	3	0	4	3	4	3	3	4	4	4	3	0	3	2	1	3		0	0

TABLA 4 (Continuación)

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO
67	2	2	2	4	4	3	1	4	4	4	3	2	4
68	0	1	3	3	3	1	0	0	4	3	3	3	2
69	0	2	2	4	3	1	0	1	4	3	2	0	3
70	1	1	2	4	0	1	0	2	4	1	2	2	2
71	1	0	1	3	0	0	0	1	0	2	0	0	0
72	1	3	3	4	3	4	2	4	4	3	3	3	3
73	1	0	1	0	3	2	2	2	4	4	3	3	3
74	1	2	0	3	2	0	3	2	4	4	3	3	3
75	1	2	1	3	2	0	3	3	4	4	4	3	4
76	0	0	1	3	0	0	0	0	4	3	3	2	3
77	0	0	3	4	0	0	3	3	3	4	3	3	3
78	1	2	1	3	1	1	0	1	3	2	2	1	3
79	0	0	2	3	1	2	2	2	4	3	3	2	4
80	0	0	2	3	2	2	2	1	4	2	4	2	4
81	0	1	1	2	1	2	1	4	4	3	3	2	4
82	1	2	0	3	1	1	1	3	3	3	3	1	4
83	2	2	1	3	2	2	1	3	4	3	3	1	4
84	2	2	2	3	2	3	1	3	4	3	3	2	4
85	1	1	1	3	2	1	0	3	4	4	4	1	4
86	2	3	0	3	3	3	0	4	3	4	3	3	4

CA	PO	XA	AB	CV	AV	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
2	4	4	4	4	1	4	0	4	2	2	0	0
3	2	3	4	4	0	2	0	2	3	1	0	0
0	3	2	2	0	2	0	3	0	1	0	0	
2	2	2	4	4	0	1	0	1	1	1	0	0
0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	3	3	4	2	1	1	0	3	2	1	0	0
3	3	4	4	3	2	3	2	4	1	1	0	3
3	3	4	4	3	2	1	2	2	2	2	0	1
3	4	4	3	4	2	2	2	2	0	4	0	0
2	3	3	3	3	0	0	0	1	0	0	0	0
3	3	4	3	3	0	2	0	2	0	0	0	0
1	3	4	2	3	1	3	1	0	1	1	2	0
2	4	4	3	2	0	4	2	2	2	1	1	3
2	4	4	4	3	1	4	2	3	3	4	1	3
2	4	4	3	2	0	3	2	1	0	2	1	3
1	4	4	2	3	0	3	3	1	0	2	3	1
1	4	4	3	2	0	3	1	2	3	3	2	0
2	4	4	3	3	0	4	2	0	2	4	3	0
1	4	4	3	3	0	2	2	2	1	2	2	0
3	4	4	4	3	0	3	2	1	3		0	0

TABLA 4 (Continuación)

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WU	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO	XA	AB	CV	AV	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN	
87	1	4	0	1	2	2	0	4	3	4	3	2	4	4	4	3	0	3	3	3	3		0	1	
88	1	4	0	4	2	3		3	3	4	2	2	4	4	3	4	0	2	2	1	4		0	0	
89	1	3	1	0	2	2	0	2	4	4	0	3	3	3	2	0	0	0	0	0	0	2		0	0
90	2	4	0	1	2	3	0	2	3	4	3	3	4	4	4	4	0	3	1	3	2		0	0	
91	1	4	1	1	2	2		3	3	3	3	2	4	3	3	4	0	2	1	1	2		0	0	
92	1	4	1	1	3	4	0	4	3	4	3	3	4	4	3	2	0	4	3	3	4		2	1	
93	1	4	1	1	3	3	0	4	4	4	3	2	4	4	4	4	1	4	3	3	4		1	0	
94	2	4	1	2	3	2	2	4	4	4	4	3	4	4	3	3	1	4	3	4	4		2	1	
95	2	4	1	1	2	3	0	4	4	4	3	3	4	4	3	4	1	4	1	2	4		2	0	
96	2	4	1	2	2	0	1	4	4	4	2	3	4	4	4	4	0	4	1	0	4		0	0	
97	2	4	1	2	2	3	0	4	4	4	4	2	4	4	4	4	0	4	2	1	4		0	0	
98	3	4	1	2	2	2		4	4	4	3	3	4	4	4	4	1	3	2	2	4		1	0	

TABLA 4 (Continuación)

RESULTADOS DE POST-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO
87	1	4	0	1	2	2	0	4	3	4	3	2	4
88	1	4	0	4	2	3		3	3	4	2	2	4
89	1	3	1	0	2	2	0	2	4	4	0	3	3
90	2	4	0	1	2	3	0	2	3	4	3	3	4
91	1	4	1	1	2	2		3	3	3	3	2	4
92	1	4	1	1	3	4	0	4	3	4	3	3	4
93	1	4	1	1	3	3	0	4	4	4	3	2	4
94	2	4	1	2	3	2	2	4	4	4	4	3	4
95	2	4	1	1	2	3	0	4	4	4	3	3	4
96	2	4	1	2	2	0	1	4	4	4	2	3	4
97	2	4	1	2	2	3	0	4	4	4	4	2	4
98	3	4	1	2	2	2		4	4	4	3	3	4

CA	PO	XA	AB	CV	AV	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
2	4	4	4	3	0	3	3	3	3		0	1
2	4	4	3	4	0	2	2	1	4		0	0
3	3	3	2	0	0	0	0	0	2		0	0
3	4	4	4	4	0	3	1	3	2		0	0
2	4	3	3	4	0	2	1	1	2		0	0
3	4	4	3	2	0	4	3	3	4		2	1
2	4	4	4	4	1	4	3	3	4		1	0
3	4	4	3	3	1	4	3	4	4		2	1
3	4	4	3	4	1	4	1	2	4		2	0
3	4	4	4	4	0	4	1	0	4		0	0
2	4	4	4	4	0	4	2	1	4		0	0
3	4	4	4	4	1	3	2	2	4		1	0

TABLA 5

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO	XA	AB	CV	OT	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN	
40	4	4	4	4	5	5	5	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5	5	4	4	4	5	3	5	4
41	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	5	4	2	5
45	4	4	3	4	2	4	4	4	4	4	4	4	4	2	4	4	2	4	4	4	2	4	2	2	3
46	3	3	2	1	4	4	4	4	3	4	3	0	4	3	3	4	4	4	4	4	4	5	4	3	2
47	4	3	3	4	4	4	4	4	3	4	4	4	4	3	3	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4
48	3	3	3	3	4	4	1	4	1	4	4	4	4	3	2	4	0	4	4	4	4	4	4	0	0
49	4	2	2	1	1	1	1	3	3	4	3	3	3	1	2	4	0	4	4	4	4	2	2	0	1
50	4	3	3	3	4	4	4	4	4	4	4	3	4	3	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
52	1	2		2	1	4	4	4	1	2	1	2	2	1	1	2	2	4	4	4	4	4	3	0	1
53	3	2	4	4	4	4	5	4	3	4	4	3	4	4	3	4	5	4	4	4	4	5	4	4	5
54	4	4	0	1	1	4	4	4	3	4	4	4	4	3	4	4	2	4	4	4	4	4	3	3	2
55	4	4	2	2	4	4	4	4	3	4	4	3	4	2	4	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4
56	4	4	1	0	4	4	4	4	2	4	4	4	4	4	2	4	4	4	4	4	4	5	3	3	1
57	4	4		3	4	4	4	4	3	4	4	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	0
58	4	4		4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	2
59	3	4	1	2	3	0	4	4	3	4	4	4	4	2	4	4	0	4	3	4	4	4	2	2	3
60	4	4	0	1	0	4	4	4	4	5	4	4	4	3	5	4	4	4	4	4	4	1	4	0	0
61	0	0	0	0	1	4	4	2	0	4	2	2	3	0	1	4	0	1	1	0	0	1	0	0	0
62	4	4	1	4	4	4	4	3	3	4	4	4	4	1	4	4	4	4	4	5	5	4	4	4	4
63	1	1	1	1	0	3	0	3	0	4	3	3	4	0	3	1	1	4	1	4	4	5	0	4	0

TABLA 5

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO
40	4	4	4	4	5	5	5	4	4	4	4	4	4
41	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
45	4	4	3	4	0	2	4	4	4	4	4	4	4
46	3	3	2	1	2	4	4	4	3	4	3	0	4
47	4	3	3	4	3	4	4	4	3	4	4	4	4
48	3	3	3	3	0	4	1	4	1	4	4	4	4
49	4	2	2	1	0	1	1	3	3	4	3	3	3
50	4	3	3	3	3	4	4	4	4	4	4	3	4
52	1	2		2	1	4	4	4	1	2	1	2	2
53	3	2	4	4	4	4	5	4	3	4	4	3	4
54	4	4	0	1	1	4	4	4	3	4		4	4
55	4	4	2	2	4	4	4	4	3	4		3	4
56	4	4	1	0	0	4	4	4	2	4		4	4
57	4	4		3	4	4	4	4	3	4		4	4
58	4	4		4	4	4	4	4	4	4		4	4
59	3	4	1	2	3	0	4	4	3	4		4	4
60	4	4	0	1	0	4	4	4	4	5		4	4
61	0	0	0	0	0	1	4	2	0	4		2	3
62	4	4	1	4	4	4	4	3	3	4		4	4
63	1	1		1	0	3	0	3	0	4		3	4

CA	PO	XA	AB	CV	OT	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
4	4	4	4		5	5	4	4	5	3	5	4
4	4	3	4		4	4	4	4	5	4	2	5
4	4	2	4		2	4	4	2	4	2	2	3
0	4	3	3		4	4	4	4	5	4	3	2
4	4	3	3		4	4	4	4	5	4	4	4
4	4	3	2		0	4	4	4	4	4	0	0
3	3	1	2		0	4	4	4	2	2	0	1
3	4	3	3		4	4	4	4	4	4	4	4
2	2	1	1		2	4	4	4	4	3	0	1
3	4	4	3		5	4	4	4	5	4	4	5
4	4	3	4		2		4	4	4	3	3	2
3	4	2	4		4		4	4	4	4	3	4
4	4	4	2		4		4	4	5	3	3	1
4	4	3	4		4		4	4	5	4	4	0
4	4	4	4		4		4	4	5	4	4	2
4	4	2	4		0		3	4	4	2	2	3
4	4	3	5		4		4	4	1	4	0	0
2	3	0	1		0		1	0	1	0	0	0
4	4	1	4		4		4	5	5	4	4	4
3	4	0	3		1		1	4	5	0	4	0

TABLA 5 (Continuación)

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO	XA	AB	CV	OT	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN	
66	4	4	4	4	4	5	5	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5	4	5	5
67	4	4	1	3	2	4	4	4	3	4	3	3	4	3	4	4	4	4	4	4	5	5	4	4	0
68	1	2	0	0	0	1	3	1	4	3	2	3	3	0	0	0	0	0	4	4	4	4	0	0	0
69	4	1	0	1	0	2	3	4	0	4	4	4	4	0	0	0	1	1	4	4	4	2	0	0	1
70	4	4		3	0	2	2	4	3	4	3	4	4	0	2	0	0	0	1	3	4	4	2	0	0
71	1	1	0	0	0	1	1	4	1	2	2	3	3	1	0	1	1	1	0	0	0	2	0	0	1
72	4	4	1	2	0	4	4	4	2	4	4	4	4	0	4	4	4	4	4	4	4	5	1	0	0
73	4	2	3	4	4	4	5	4	4	4	4	4	4	2	4	4	4	4	5	4	4	4	4	4	1
74	4	4	0	4	3	4	4	4	3	4	2	4	4	0	4	4	3	4	5	4	4	5	4	3	1
75	4	4	4	4	4	5	5	4	4	4	4	4	4	4	5	5	5	5	5	5	5	5	4	4	5
76	1	1	0	0	0	0	2	2	2	4	0	4	4	0	4	4	0	0	4	4	4	4	2	4	0
77	4	4	3	4	4	4	4	4	2	4	3	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4
78	4	4	4	4	4	4	4	4	3	4	4	4	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	3	2
79	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4
80	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	5
81	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
82	4	4	1	4	0	4	4	0	0	4	4	4	4	3	4	4	2	2	4	4	4	4	4	2	2
83	4	4	3	3	2	4	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5	4	3	4
84	4	4	3	4	4	4	5	4	4	4	4	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4
85	4	3	0	2	0	4	4	0	0	4	4	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	5	4	2	1

TABLA 5 (Continuación)

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO
66	4	4	4	4	4	5	5	4	4	4		4	4
67	4	4	1	3	2	4	4	4	3	4		3	4
68	1	2	0	0	0	1	3	1	4	3		2	3
69	4	1	0	1	0	2	3	4	0	4		4	4
70	4	4		3	0	2	2	4	3	4		3	4
71	1	1	0	0	0	1	1	4	1	2		2	3
72	4	4	1	2	0	4	4	4	2	4		4	4
73	4	2	3	4	4	4	5		4	4		4	4
74	4	4	0	4	3	4	4		3	4		2	4
75	4	4	4	4	4	5	5		4	4		4	4
76	1	1	0	0	0	0	2		2	4		0	4
77	4	4	3	4	4	4	4		2	4		3	4
78	4	4	4	4	4	4	4		3	4	4	4	4
79	4	4	4	4	4	4	5		4	4	4	4	4
80	4	4	4	4	4	4	5		4	4	4	4	4
81	4	4	4	4	4	4	5		4	4	4	4	4
82	4	4	1	4	0	4	4		0	4	4	4	4
83	4	4	3	3	2	4	4		3	4	4	4	4
84	4	4	3	4	4	4	5		4	4	4	4	4
85	4	3	0	2	0	4	4		0	4	4	4	4

CA	PO	XA	AB	CV	OT	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
4	4	4	4		4		4	4	5	4	5	5
3	4	3	4		4		4	5	5	4	4	0
2	3	0	0		0		4	4	4	0	0	0
4	4	0	0		1		4	4	2	0	0	1
3	4	0	2		0		1	3	4	2	0	0
2	3	1	0		1		0	0	2	0	0	1
4	4	0	4		4		4	4	5	1	0	0
4	4	2	4		4		5	4	4	4	4	1
2	4	0	4		3		5	4	5	4	3	1
4	4	4	5		5		5	5	5	4	4	5
0	4	0	4		0		4	4	4	2	4	0
3	4	3	4		4		4	4	5	4	4	4
4	4	3	4		4		4	4	4	4	3	2
4	4	4	4		4		4	4	5	4	4	4
4	4	4	4		4		4	4	5	4	4	5
4	4	4	4		4		4	4	4	4	4	4
4	4	3	4		2		4	4	4	4	2	2
4	4	4	4		4		4	4	5	4	3	4
4	4	3	4		4		4	4	5	4	4	4
4	4	3	4		4		4	4	5	4	2	1

TABLA 5 (Continuación)

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PO	XA	AB	CV	OT	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN	
86	3	3	3	3	1	4	4	4	2	3	2	2	4	4	3	4	4	4	4	4	5	4	4	3	0
87	3	2	3	2	1	4	4	4	3	3	3	3	3	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	1	0
88	3	4	3	1	2	4	4	4	3	4	3	3	3	4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4	1
89	4	4	4	3	0	0	4	4	4	2	3	3	3	4	3	1	4	4	2	4	2	2	3	5	5
90	4	4	3	3	3	4	4	4	3	3				4	3	4	4	4	4	4	5	4	4	2	2
91	4	4	2	2	1	2	2	2	0	0	0	0	4	0	2	0	0	0	3	4	3	0	0	0	0
92	4	4	4	4	4	4	5	5	4	3	4	4		4	4	4	4	5	4	4	4	4	4	5	5
93	3	4	4	4	4	4	5	5	4	2	2	2	2	4	3	4	4	4	4	4	5	4	4	4	5
94	4	4	3	4	2	4	5	5	4	4				4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	3	3
95	4	3	3	4	3	4	4	4	4	4	3	3		4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	5	5
96	4	4	4	4	3	3	5	5	4	3	4	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	5
97	4	4	4	4	4	4	5	5	4	4	4	4		4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4	5
98	4	4	3	4	1	4	4	5	4	4	4	4		4	4	4	4	4	4	4	5	4	4	4	2

TABLA 5 (Continuación)

RESULTADOS DE PRE-BROTE

Compuesto No.	SB	RP	CT	SY	MZ	WW	RC	SN	IP	AM	PI	CA	PI
86	3	3	3	3	1	4	4		2	3	2		
87	3	2	3	2	1	4	4		3	3	3		
88	3	4	3	1	2	4	4		3	4	3		
89	4	4	4	3	0	0	4		4	2	3		
90	4	4	3	3	3	4	4		3	3			
91	4	4	2	2	1	2	2		0	0	0		
92	4	4	4	4	4	4	5		4	3	4		
93	3	4	4	4	4	4	5		4	2	2		
94	4	4	3	4	2	4	5		4	4			
95	4	3	3	4	3	4	4		4	4	3		
96	4	4	4	4	3	3	5		4	3	4		
97	4	4	4	4	4	4	5		4	4	4		
98	4	4	3	4	1	4	5		4		4		

CA	PO	XA	AB	CV	OT	DG	PU	ST	EC	SH	AG	CN
	4	4	3		4		4	4	5	4	3	0
	3	4	3		4		4	4	4	4	1	0
	3	4	4		4		4	4	5	4	4	1
	3	4	3		1		2	4	2	2	3	5
		4	3		4		4	4	5	4	4	2
	4	0	2		0		3	4	3	0	0	0
		4	4		4		5	4	4	4	4	5
	2	4	3		4		4	4	5	4	4	5
		4	4		4		4	4	5	4	4	3
		4	3		4		4	4	4	4	4	5
	3	4	4		4		4	4	4	4	4	5
		4	4		4		4	4	5	4	4	5
		4	4		4		4	4	5	4	4	2

Nombres de las plantas ensayadas en las Tablas 4 y 5.

	Sb	Remolacha azucarera
	Rp	Colza
	Ct	Algodón
5	Sy	Glicina
	Mz	Maíz
	Ww	Trigo de invierno
	Rc	Arroz
	Sn	<u>Senecio vulgaris</u>
10	Ip	<u>Ipomoea purpurea</u>
	Am	<u>Amaranthus retroflexus</u>
	Pi	<u>Polygonum aviculare</u>
	Ca	<u>Chenopodium album</u>
	Po	<u>Portulaca oleracea</u>
15	Ab	<u>Abutilon theophrastii</u>
	Cv	<u>Convolvulus arvensis</u>
	Ot/Av	Como en el Ejemplo 12
	Dg	<u>Digitaria sanguinalis</u>
	Pu	<u>Poa annua</u>
20	St	<u>Setaria viridis</u>
	Ec	<u>Echinochloa crus-galli</u>
	Sh	<u>Sorghum halepense</u>
	Ag	<u>Agropyron repens</u>
	Cp	<u>Cyperus rotundus</u>

25

EJEMPLO 14

Este Ejemplo ilustra la selectividad herbicida de ciertos compuestos según la invención.

Los compuestos se formularon como se ha descrito en el Ejemplo 13 y los ensayos se efectuaron como se ha

5 descrito en este Ejemplo, con la excepción de que el ensayo de pre-brote se efectuó un poco diferente. Las semillas en las plantas de ensayo se depositaron en un surco poco profundo, la superficie nivelada y tratada con spray con el compuesto de ensayo y la superficie se cubrió entonces con una fina capa de tierra. Los resultados de estos ensayos se determinaron 26 días después del tratamiento, en la escala de 0 a 9 en la que 0 representa de 0 a 10 % de daños y 9 representa 90 a 100 % de destrucción.

10

Los resultados están dados en la Tabla 6 siguientes.

te.

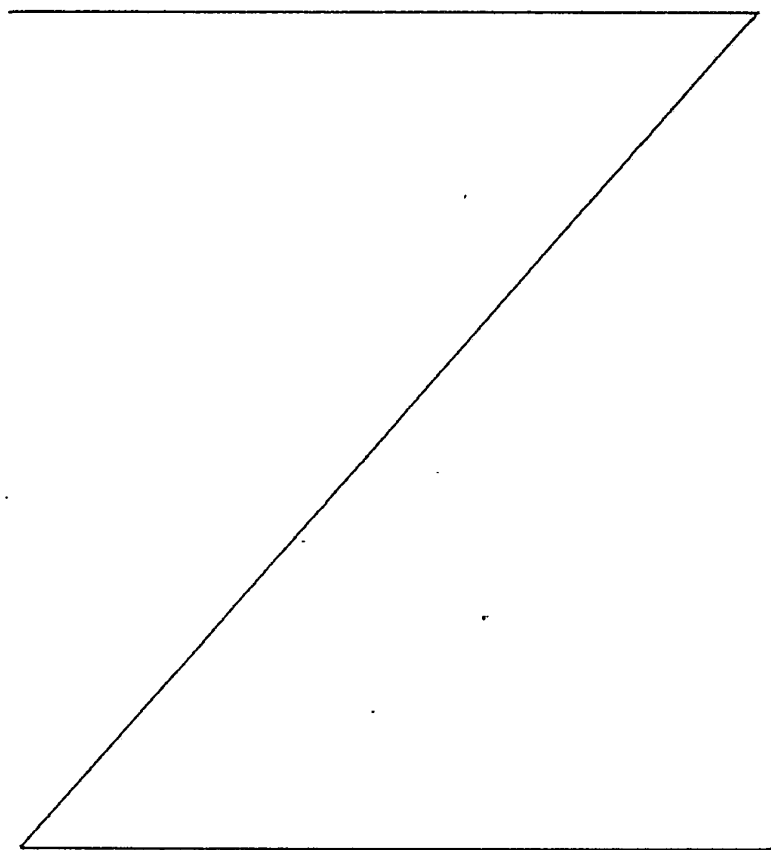


TABLA 6

Compuesto No.	Proporción de aplicación Kg/Ha	Aplicación pre-ó post-brote	Plantas ensayadas																				
			Mz	Rc	Sy	Ct	To	Sg	Am	Ip	Ab	Se	Si	Ds	Xa	Ec	Dg	St	Sh	Pm	Cd	Cn	
7	2	Pre	0	6	0	3	2	3	8	4	4	4	4	8	5	6	9	9	9	9	9	9	4
18	1	Pre	0	1	7	3	5	0	7	4	4	4	8	8	4	1	8	9	7	2	8	-	2

TABLA 6

Compuesto No.	Proporción de aplicación Kg/Ha	Aplicación pre-ó post-brote	Mz	Rc	Sy	Ct	To	Sg	A
7	2	Pre	0	6	0	3	2	3	
18	1	Pre	0	1	7	3	5	0	

Plantas ensayadas

Sg	Am	Ip	Ab	Se	Si	Ds	Xa	Ec	Dg	St	Sh	Pm	Cd	Cn
3	8	4	4	4	8	5	6	9	9	9	9	9	-	4
0	7	4	4	8	8	4	1	8	9	7	2	8	-	2

Los nombres de las plantas de ensayo son los siguientes:

	Mz	Maíz
	Rc	Arroz
5	Sy	Glicina
	Ct	Algodón
	To	Tomate
	Sg	Sorgo
	Am	<u>Amaranthus retroflexus</u>
10	Ip	<u>Ipomoea purpurea</u>
	Ab	<u>Abutilon theophrasti</u>
	Se	<u>Sesbania exaltata</u>
	Si	<u>Sida spinosa</u>
	De	<u>Datura stramonium</u>
15	Xa	<u>Xanthium pensylvanicum</u>
	Ec	<u>Echinochloa crus-galli</u>
	Dg	<u>Digitaria sanguinalis</u>
	St	<u>Setaria viridis</u>
	Sh	<u>Sorghum halepense</u>
20	Pm	<u>Panicum maximum</u>
	Cd	<u>Cyperus difformis</u>
	Cn	<u>Cyperus rotundus</u>

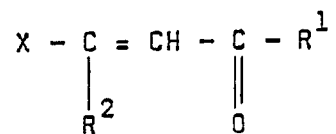
Se ve por la Tabla 6 que el compuesto 7 deja el maíz sustancialmente sin dañar a una proporción de aplicación que provoca daños severos en una variedad de especies de hierbajos. De forma similar el compuesto No. 18 deja maíz y sorgo sustancialmente sin dañar mientras que afecta severamente a un número de especies de hierbajos.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe

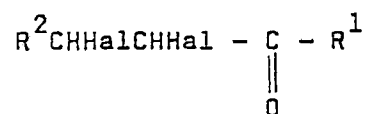
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no al teren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

12.- Procedimiento para la obtención de derivados azólicos de efecto herbicida, de fórmula:



5 en la que X es un radical 1-(1,2,4-triazolilo) ó un radical 1-
 -imidazolilo, R² es un radical alquilo o cicloalquilo con 2 a
 10 átomos de carbono o un radical fenilo o naftilo opcional-
 mente portador de uno o mas de los siguientes sustituyentes:
 fluor, cloro, bromo, yodo, ciano, nitro, alquilo con 1 a 6
 10 átomos de carbono; alcoxi con 1 a 6 átomos de carbono opcio-
 nalmente sustituido por uno o mas radicales fenilo o radica-
 les alcoxi con 1 a 6 átomos de carbono; alquiltio con 1 a 6
 átomos de carbono; haloalquilo con 1 a 6 átomos de carbono;
 haloalcoxi con 1 a 6 átomos de carbono; carboxialcoxi en el
 15 que el grupo alcoxi tiene de 1 a 6 átomos de carbono; alcoxi-
 carbonilalcoxi en el que cada grupo alcoxi tiene cada uno de
 1 a 6 átomos de carbono; N,N-dialquilcarbamoilalcoxi en el
 que el grupo alcoxi y cada grupo alquilo tienen cada uno de 1
 a 6 átomos de carbono; fenilo, o 1(1,2,4-triazolil)vinilo; y
 20 R¹ es un radical alquilo o cicloalquilo con 2 a 10 átomos de
 carbono, o un radical fenilo o naftilo opcionalmente portador
 de uno o mas de los sustituyentes indicados para R² anterior-
 mente; caracterizado porque comprende hacer reaccionar una al
 fa,beta-dihalogenocetona de fórmula:



con el anión derivado de imidazoles o 1,2,4-triazoles por tratamiento con una base.

5 2a.- Procedimiento para la obtención de derivados azólicos de efecto herbicida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

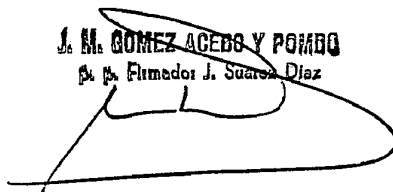
Esta Memoria consta de 47 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid - 4 NOV. 1977

10

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMO
Sr. Sr. Firmador: J. Suarez Diaz



6