



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	474.696		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			31-Octubre-1.978		

**PATENTE DE INVENCION**

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		45555/77	2-11-77		Gran Bretaña

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07D//A01N		

54	TITULO DE LA INVENCION
	"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA 5-ISOOXAZOLIL-UREA"

71	SOLICITANTE (S)
	FISONS LIMITED (45555/77 LSB/EJL/PS)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Fison House, 9 Grosvenor Street, Londres, Inglaterra.

72	INVENTOR (ES)
	Albert Percival y Graham Pont Rowson

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-70.247)

MCS/.



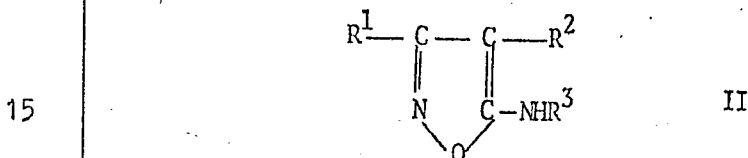
1 — alcoxi o alcoholtilio;

$R^4$  representa hidrógeno, alcoholilo ó cicloalcoholilo;

5  $R^5$  representa hidrógeno, alcoholilo, cicloalcoholilo, alcoxi, arilo ó arilo sustituido; o bien

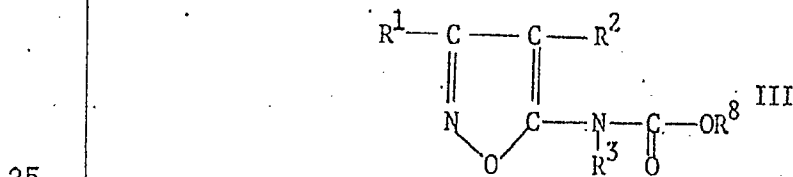
$R^3$  y  $R^5$  juntos representan alcoholileno, opcionalmente insaturado, opcionalmente interrumpido por uno o más átomos seleccionados de entre átomos de nitrógeno, oxígeno y azufre, y opcionalmente sustituido.

10 La invención proporciona también un procedimiento para preparar el compuesto, procedimiento que comprende hacer reaccionar un 5-aminoisooxazol de fórmula



con un haluro de carbamoilo de fórmula  $R^4R^5\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{N}}\text{CZ}$ , en la que Z representa un átomo de halógeno.

20 La invención proporciona también un procedimiento para preparar el compuesto, procedimiento que comprende hacer reaccionar un 5-aminocarboxiisooxazol de fórmula



en la que  $R^8$  representa fenilo ó 2,4-dinitrofenilo, con una amina de fórmula  $\text{HNR}^4\text{R}^5$ .

30 La invención proporciona también un procedimiento para preparar el compuesto en el que  $R^3$  representa alcoholilo o un grupo de fórmula  $\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{R}^7$ , procedimiento que comprende





1           La invención proporciona también un método de  
combatir plagas en un lugar infestado o propenso a resul-  
tar infestado por ellas o de regular el crecimiento de una  
planta deseada en un lugar en el que está creciendo o ha  
5           de crecer la planta, método que comprende aplicar al lugar  
una cantidad del compuesto capaz de combatir la plaga o  
capaz de regular el crecimiento de la planta.

          La invención proporciona además una composición  
plaguicida o reguladora del crecimiento de la planta que  
10           contiene el compuesto, especialmente una composición tal  
que comprende el compuesto junto con al menos un material  
seleccionado de entre vehículos, agentes tensioactivos, sa-  
les inorgánicas, antídotos de los herbicidas, fertilizantes,  
otros plaguicidas y otros reguladores del crecimiento de  
15           las plantas.

          El compuesto se puede preparar haciendo reaccio-  
nar el 5-aminoisooxazol de fórmula II con el haluro de car-  
bamoilo de fórmula  $R^4R^5\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCZ}$ . Usualmente Z representa un áto-  
20           mo de cloro. Generalmente, la reacción se lleva a cabo en  
un disolvente inerte y puede llevarse a cabo a una tempe-  
ratura de, por ejemplo, 0 a 150°C, p.ej. de 0 a 100°C. La  
reacción se conduce preferiblemente en presencia de un acep-  
tor de ácido tal como una base orgánica (p.ej. piridina o  
25           una amina terciaria tal como trietilamina) o bien, menos  
preferiblemente, una base inorgánica (p.ej. carbonato o  
bicarbonato de sodio).

          El compuesto puede prepararse por reacción del  
5-aminocarboxisooxazol de fórmula III con una amina de  
30           fórmula  $\text{HNR}^4\text{R}^5$ . La reacción puede llevarse a cabo con o sin

1 un disolvente, y puede conducirse a una temperatura por ejemplo de  $-10$  a  $150^{\circ}\text{C}$ .

El 5-aminocarboxiisooxazol de fórmula III puede, a su vez, prepararse por reacción del 5-aminoisooxazol de fórmula II con un cloroformiato de fórmula  $\text{ClC}^{\text{O}}\text{OR}^8$ . La reac  
5 ción se puede llevar a cabo con o sin disolvente y puede conducirse a una temperatura por ejemplo de  $-10$  a  $150^{\circ}\text{C}$ .

El presente compuesto en el que  $\text{R}^3$  representa alcohol o un grupo de fórmula  $-\overset{\text{O}}{\text{C}}-\text{R}^7$  puede prepararse  
10 por alcoholación o acilación del compuesto correspondiente en el que  $\text{R}^3$  representa hidrógeno. La reacción se puede llevar a cabo con o sin disolvente. Puede emplearse como disolvente un exceso de reactivo. La reacción se puede con  
ducir a una temperatura por ejemplo comprendida entre  $-20$   
15 y  $150^{\circ}\text{C}$ .

El presente compuesto en el que  $\text{R}^4$  representa hi  
drógeno se prepara preferiblemente por reacción del 5-ami  
noisooxazol de fórmula II con un isocianato de fórmula  
 $\text{R}^5\text{NCO}$ . La reacción puede llevarse a cabo en presencia de  
20 un catalizador, usualmente una amina terciaria tal como trietilamina. Generalmente, la reacción se lleva a cabo en presencia de un disolvente inerte, por ejemplo un hidrocar  
buro tal como tolueno, y puede llevarse a cabo a una tempe  
ratura por ejemplo de  $0-150^{\circ}\text{C}$ , p.ej. de  $0$  a  $120^{\circ}\text{C}$ .

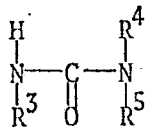
El presente compuesto puede prepararse por reac  
25 ción del 5-isocianatoisooxazol de fórmula IV con la amina de fórmula  $\text{HNR}^4\text{R}^5$ . La reacción se lleva a cabo generalmen  
te en presencia de un disolvente inerte, por ejemplo un hidrocarburo tal como tolueno, y puede conducirse a una  
30 temperatura de, por ejemplo,  $0$  a  $150^{\circ}\text{C}$ .

1 El presente compuesto puede prepararse por reac-  
 ción del haluro de isooxazolilcarbamilo de fórmula V con  
 la amina de fórmula  $\text{HNR}^4\text{R}^5$ . Usualmente Z representa un  
 átomo de cloro. Generalmente, la reacción se lleva a cabo  
 5 en un disolvente inerte y puede llevarse a cabo a una tem-  
 peratura de, por ejemplo, 0-150°C. La reacción se conduce  
 preferiblemente en presencia de un aceptor de ácido tal  
 como una base orgánica (p.ej. piridina o una amina terciaria  
 tal como trietilamina) o, menos preferiblemente, una  
 10 base inorgánica (p.ej. carbonato o bicarbonato de sodio).

El presente compuesto se puede preparar por reac-  
 ción del 5-aminoisooxazol de fórmula II con un carbamato de  
 fórmula  $\text{R}^8\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NR}^4\text{R}^5$ . La reacción puede llevarse a cabo con  
 15 o sin disolvente y puede conducirse a una temperatura por  
 ejemplo de -10 a 150°C.

El presente compuesto puede prepararse por reac-  
 ción del 5-haloisooxazol de fórmula VI con la urea de fór-  
 mula

20

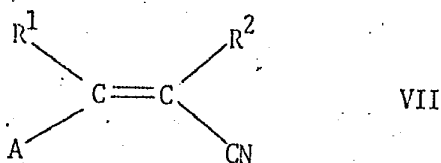


Hal representa preferiblemente un átomo de bromo. La reac-  
 25 ción puede llevarse a cabo con o sin disolvente y puede  
 conducirse a una temperatura por ejemplo de 0-200°C. La  
 reacción se lleva a cabo preferiblemente en presencia de  
 un aceptor de ácido tal como una base orgánica (p.ej. pi-  
 ridina o una amina terciaria tal como trietilamina) o, me-  
 30 nos preferiblemente, una base inorgánica (p.ej. carbonato

1 o bicarbonato de sodio).

El presente compuesto en el que  $R^3$  y  $R^5$  representan juntos un grupo se prepara preferiblemente por reacción del correspondiente compuesto en el que  $R^3$  y  $R^5$  representan cada uno un átomo de hidrógeno con el haluro de fórmula Hal-L-Hal. Preferiblemente, cada Hal representa un átomo de cloro. La reacción se lleva a cabo preferiblemente en un disolvente inerte y puede conducirse por ejemplo a una temperatura de, p.ej. 0-150°C. La reacción puede tener lugar con o sin un aceptor de ácido. En el caso de que se emplee un aceptor de ácido, éste puede ser como se ha expuesto arriba.

El 5-aminoisooxazol de fórmula II en la que  $R^3$  representa hidrógeno se puede preparar por reacción de un derivado que contiene el grupo ciano de fórmula



en la que A representa hidroxilo, halógeno, amino,  $-OR^9$ ,  $-SR^9$ ,  $-SOR^9$  ó  $-SO_2R^9$  donde  $R^9$  representa alcohol de 1-6 átomos de carbono (p.ej. metilo o etilo) con hidroxilamina. La reacción se lleva a cabo generalmente en un disolvente inerte tal como agua y puede conducirse a una temperatura de, por ejemplo, 0-200°C, tal como 0-100°C. La hidroxilamina puede formarse convenientemente in situ empleando su clorhidrato en presencia de una base tal como hidróxido de sodio.

El 5-aminoisooxazol de fórmula II en la que  $R^1$

1 - está unido al heterociclo por la vía de un átomo de carbono en  $R^1$  puede prepararse por reacción de una sal de fórmula la  $M^{\oplus} \overset{\ominus}{C}HR^2$  donde  $M^{\oplus}$  representa un catión con un óxido de

$$\begin{array}{c} | \\ CN \end{array}$$

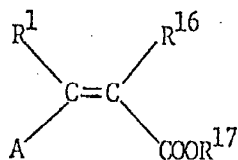
5 nitrilo de fórmula  $R^1 \overset{\oplus}{C} = N - \overset{\ominus}{O}$  o con el correspondiente cloruro de hidroxamilo de fórmula  $R^1 C = NOH$ . El óxido de nitrilo puede prepararse a partir del cloruro de hidroxamilo. El óxido de nitrilo se puede formar in situ y puede hacerse reaccionar inmediatamente con la sal. La presente reacción se conduce generalmente en un disolvente inerte y puede llevarse a cabo por ejemplo a una temperatura comprendida entre  $-100$  y  $150^{\circ}C$ .

15 El 5-aminoisooxazol de fórmula II en la que  $R^1$  representa hidrógeno, alcohol, alcohol sustituido, cicloalcohol, arilo, arilo sustituido o amino puede prepararse por reacción del 5-haloisooxazol de fórmula VI que tiene este valor de  $R^1$  con amoníaco. La reacción se puede llevar a efecto con o sin un disolvente inerte y puede realizarse a una temperatura de, por ejemplo,  $0-200^{\circ}C$ . La reacción

20 puede conducirse en presencia de un aceptor de ácido, que puede ser como se ha expuesto arriba.

25 El 5-haloisooxazol de fórmula VI puede prepararse por halogenación con un agente halogenante (p.ej. cloruro de tionilo) del 5-hidroxiisooxazol correspondiente. La reacción puede llevarse a cabo con o sin un disolvente inerte, y puede realizarse por ejemplo a una temperatura de  $0-100^{\circ}C$ . La reacción puede conducirse en presencia de un catalizador tal como dimetilformamida.

30 El 5-hidroxiisooxazol se puede preparar por reacción del derivado insaturado de fórmula



VIII

1

5 donde R<sup>16</sup> representa R<sup>2</sup> excepto ciano (p.ej. etilo) y R<sup>17</sup> representa alcohol de 1 a 4 átomos de carbono (p.ej. etilo) con hidroxilamina. R<sup>1</sup>, por ejemplo, puede representar etilo y A hidroxilo. La reacción se lleva a cabo generalmente en un disolvente inerte tal como agua y puede llevarse a cabo a una temperatura de, por ejemplo, 0-200°C. La hidroxilamina puede formarse convenientemente in situ por

10 empleo de su clorhidrato en presencia de una base tal como hidróxido de sodio.

15 Algunos de los presentes compuestos intermedios son nuevos, y la invención proporciona los mismos y su producción. En particular, se proporcionan como compuestos nuevos:

5-amino-3-etilisooxazol-4-carboxilato de etilo,  
 5-amino-3-metilisooxazol-4-carboxilato de propilo,  
 20 5-amino-3-metilisooxazol-4-carboxilato de isopropilo,  
 5-amino-3-metilisooxazol-4-carboxilato de butilo,  
 5-amino-3-etilisooxazol-4-carboxilato de propilo,  
 5-amino-3-etilisooxazol-4-carboxilato de isopropilo, y  
 5-amino-3-propilisooxazol-4-carboxilato de etilo, especialmente el primero de éstos.

25

Cuando R<sup>1</sup> representa un grupo amino sustituido, el grupo amino puede ser mono- ó di-sustituido. Cualquier sustituyente puede ser, por ejemplo, alcohol ó alcoholcarbonilo. El grupo amino sustituido puede ser, por ejemplo,

30 dimetilamino o acetamido.

1            Cuando  $R^1$  representa un grupo alcoholilo, arilo o  
aralcoholilo sustituido, ó  $R^{15}$  representa un grupo alcoholilo  
o arilo sustituido, el o los sustituyentes pueden ser por  
ejemplo uno o más sustituyentes seleccionados de entre ha-  
5            lógeno, alcoxi, nitro y, excepto cuando  $R^1$  ó  $R^{15}$  represen-  
ta alcoholilo sustituido, alcoholilo.

            Cuando  $R^1$  representa un grupo aralcoholilo susti-  
tuido, el o los sustituyentes se encuentran usualmente en  
la parte arilo del grupo.

10           Cuando  $R^2$  representa carboxiamido cuyo grupo ami-  
do está sustituido, el grupo amido puede ser mono- ó di-sus-  
tituido. Cualquier sustituyente puede ser, por ejemplo,  
alcoholilo o alcoholilcarbonilo.

            El grupo de fórmula  $N$ ) que  $R^2$  puede contener es  
15           generalmente insaturado. Puede ser, por ejemplo, un grupo  
heterocíclico con un anillo de 5 a 7 miembros que contiene  
en el anillo, además del átomo de nitrógeno, o bien ningun-  
o un heteroátomo adicional seleccionado de entre nitró-  
geno y oxígeno. Puede ser, por ejemplo, pirrol-1-ilo, mor-  
20           folino, piperidino ó hexametilenoimino. El grupo puede es-  
tar sustituido, p.ej. por alcoholilo; el grupo puede ser, por  
ejemplo, 2,6-dimetilmorfolino.

            El grupo alcoholileno que pueden representar  $R^3$  y  
 $R^5$  juntos es usualmente de 1 a 5 átomos de carbono. Dicho  
25           grupo puede estar sustituido, p.ej. por uno o más grupos  
seleccionados de entre halógeno, hidróxi, alcoxi, oxo y  
alcanciloxi.

            Cuando  $R^5$  representa un grupo arilo sustituido,  
el sustituyente puede ser, por ejemplo, uno o más sustitui-  
30           yentes seleccionados de entre halógeno, alcoxi, alcoholilo y

1 nitro.

5 Cuando cualquiera de los presentes símbolos representa un grupo sustituido o insustituido, el mismo es preferiblemente insustituido. Cuando el mismo está sustituido, los sustituyentes son usualmente iguales, p.ej. todos ellos cloro o todos metilo, y preferiblemente cualquiera de tales grupos sustituidos es monosustituido.

10 Cualquier grupo alcoholilo implicado en la fórmula I es preferiblemente de 1 a 10, p.ej. de 1 a 6, átomos de carbono, por ejemplo metilo, etilo, propilo, isopropilo, o butilo. Cualquier grupo arilo es preferiblemente fenilo. Cualquier grupo aralcoholilo es preferiblemente fenilalcoholilo de 7 a 10 átomos de carbono, especialmente bencilo. Cualquier halógeno (esto es, flúor, cloro, bromo o yodo) es  
15 preferiblemente flúor, cloro o bromo, especialmente cloro. Cualquier grupo cicloalcoholilo es preferiblemente de 3 a 7 átomos de carbono, especialmente ciclohexilo. Cualquier grupo alcoxi ó alcoholítico es preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono, p.ej. metoxi ó metilitio. Cualquier grupo  
20 alcanoiloxi es preferiblemente de 2 a 7 átomos de carbono.

El grupo carboxiéster que puede representar  $R^2$  es preferiblemente alcóxicarbonilo, p.ej. de 2 a 7 átomos de carbono (por ejemplo, metóxicarbonilo), fenóxicarbonilo cuyo grupo fenilo puede estar sustituido (p.ej. por uno o  
25 más sustituyentes seleccionados de entre halógeno, alcoxi, alcoholilo y nitro), o aralcoholóxicarbonilo (p.ej. bencilóxicarbonilo).

Así, en una realización preferida, el compuesto es de fórmula I o una sal del mismo, en la que  $R^1$  representa un átomo de hidrógeno o de halógeno; nitro; amino susti  
30

1 - tuido con uno o dos sustituyentes seleccionados de entre  
alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono y alcoholcarbonilo de  
2 a 7 átomos de carbono; alcoholo de 1 a 10 átomos de car-  
bono; alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono sustituido con  
5 uno o más sustituyentes seleccionados de entre halógeno,  
alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono y nitro; cicloalcoholo  
de 3 a 7 átomos de carbono; fenilo; fenilo sustituido con  
uno o más sustituyentes seleccionados de entre halógeno,  
alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono, nitro y alcoholo de 1 a  
10 átomos de carbono; fenilalcoholo de 7 a 10 átomos de  
carbono; fenilalcoholo de 7 a 10 átomos de carbono cuyo  
grupo fenilo está sustituido con uno o más sustituyentes  
seleccionados de entre halógeno, alcoxi de 1 a 6 átomos de  
carbono, nitro y alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono; o  
15 un grupo de fórmula  $-XR^6$  ó  $-COOR^{15}$  en el que X representa  
oxígeno, azufre, sulfinilo ó sulfonilo,  $R^6$  representa alco-  
hilo de 1 a 10 átomos de carbono o fenilo, y  $R^{15}$  representa  
un átomo de hidrógeno; alcoholo de 1 a 10 átomos de carbo-  
no; alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono sustituido con  
20 uno o más sustituyentes seleccionados de entre halógeno,  
alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono y nitro; fenilo; fenilo  
sustituido con uno o más sustituyentes seleccionados de en-  
tre halógeno, alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono, nitro y  
alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono; o cicloalcoholo de 3  
25 a 7 átomos de carbono;

$R^2$  representa ciano; nitro; carboxi; alcoxicarbo-  
nilo de 2 a 7 átomos de carbono; fenoxicarbonilo cuyo gru-  
po fenilo puede estar sustituido opcionalmente con uno o  
más sustituyentes seleccionados de entre halógeno, alcoxi  
de 1 a 6 átomos de carbono, alcoholo de 1 a 10 átomos de

1 -carbono y nitro; benciloxycarbonilo; carboxiamida; carboxi-  
amida cuyo grupo amido está sustituido con uno o dos sus-  
tituyentes seleccionados de entre alcoholo de 1 a 10 átomos  
de carbono y alcoholcarbonilo de 2 a 7 átomos de carbono;  
5 o un grupo de la fórmula  $-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{N}$  en la que N representa  
un grupo heterocíclico con un anillo de 5 a 7 miembros que  
contiene en el anillo, además del átomo de nitrógeno, o  
bien ninguno u otro heteroátomo seleccionado de entre ni-  
trógeno y oxígeno, grupo que opcionalmente puede estar sus-  
10 tituido con alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono;

$\text{R}^3$  representa hidrógeno, alcoholo de 1 a 10 áto-  
mos de carbono o un grupo de fórmula  $-\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}-\text{R}^7$  en la que  $\text{R}^7$   
representa alcoholo de 1 a 10 átomos de carbono, fenilo,  
15 alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono o alcoholtio de 1 a 6  
átomos de carbono;

$\text{R}^4$  representa hidrógeno, alcoholo de 1 a 10 áto-  
mos de carbono o cicloalcoholo de 3 a 7 átomos de carbono;

$\text{R}^5$  representa hidrógeno, alcoholo de 1 a 10 áto-  
20 mos de carbono, cicloalcoholo de 3 a 7 átomos de carbono,  
alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono, fenilo, o fenilo susti-  
tuido con uno o más sustituyentes seleccionados de entre  
halógeno, alcoxi de 1 a 6 átomos de carbono, nitro y alco-  
hilo de 1 a 10 átomos de carbono; o bien

25  $\text{R}^3$  y  $\text{R}^5$  representan juntos un grupo alcoholeno  
de 1 a 5 átomos de carbono, grupo que es opcionalmente in-  
saturado, está opcionalmente interrumpido por uno o más  
átomos seleccionados de entre átomos de nitrógeno, oxígeno  
y azufre, y está opcionalmente sustituido con uno o más  
30 grupos seleccionados de entre halógeno, hidroxilo, alcoxi de

1 - 1 a 6 átomos de carbono, oxo y alcanoiloxi de 2 a 7 átomos de carbono.

5 Los presentes compuestos pueden formar sales con ácidos o bases. Estas pueden formarse a partir de la forma no salina (es decir, que la forma no salina puede salificarse) de modos convencionales, p.ej. por reacción de la forma no salina con un ácido o base. La forma no salina se puede formar a partir de la sal (esto es, que la sal puede desalificarse) de maneras convencionales; una sal con un  
10 ácido puede hacerse reaccionar con una base, o una sal con una base puede hacerse reaccionar con un ácido. Pueden formarse las sales a partir de un compuesto en el que  $R^1$  ó  $R^2$  representa carboxi, p.ej. por reacción del compuesto que contiene el grupo carboxi con una base, por ejemplo un hidróxido de metal alcalino o una amina. Las sales incluyen  
15 sales de cationes metálicos, p.ej. sodio o potasio, y sales de aminas (p.ej. metilamina) o aminas sustituidas (p.ej. etanolamina). Los compuestos en los que  $R^1$  ó  $R^2$  representa carboxi pueden formarse a partir de las sales por reacción  
20 con ácidos, p.ej. ácido clorhídrico para formar los compuestos que contienen el grupo carboxi. Pueden formarse sales a partir de un compuesto en el que  $R^1$  representa amino o amino sustituido, p.ej. por reacción del compuesto con un ácido, p.ej. ácido clorhídrico. Pueden formarse también sales  
25 a partir de un compuesto en el que  $R^3$ ,  $R^4$  ó  $R^5$  representa un átomo de hidrógeno; así, pueden formarse sales con bases, p.ej. sales de metal alcalino.

30 La reacción para formar sales a partir de la forma no salina, o la forma no salina a partir de las sales, se lleva a cabo usualmente a una temperatura de 0 a 150°C,

1 generalmente en presencia de un disolvente inerte.

En una realización preferida, el compuesto es de la fórmula I en la que

5  $R^1$  representa alcohol de 1 a 4 átomos de carbono,  $R^2$  representa ciano, nitro o alcoxicarbonilo de 2-5 átomos de carbono,  $R^3$  representa hidrógeno,  $R^4$  representa hidrógeno, alcohol de 1-4 átomos de carbono o ciclohexilo,  $R^5$  representa alcohol de 1-4 átomos de carbono, ciclohexilo, 4-clorofenilo ó 3-clorofenilo, o  $R^3$  y  $R^5$  representan  
10 juntos 2,4,5-trioxoimidazolidin-1-ilo.

En un grupo más estrecho dentro de esta realización,  $R^1$  representa alcohol de 1-4 átomos de carbono,  $R^2$  representa ciano, nitro o alcoxicarbonilo de 2-5 átomos de carbono,  $R^3$  y  $R^4$  representan cada uno hidrógeno, y  $R^5$  representa alcohol de 1-4 átomos de carbono, ciclohexilo,  
15 4-clorofenilo ó 3-clorofenilo.

Compuestos particulares de fórmula I se especifican en los Ejemplos.

Compuestos particulares preferidos son  
20 3-metil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,  
3-metil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo,  
3-metil-5-(3-metilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,  
3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo,  
3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo,  
25 3-metil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de butilo,  
3-etil-5-(3-terc.butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,  
lo,  
3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo,  
pilo,  
30 3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo,

1 3-metil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo,  
3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,  
3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,  
3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo, y  
5 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,  
especialmente los siete últimos, en particular los tres  
últimos.

Los presentes compuestos son plaguicidas y reguladores del crecimiento de las plantas. Los compuestos son  
10 notablemente activos sobre la fisiología de las plantas, afectando al crecimiento de éstas, por lo que los compuestos pueden utilizarse como herbicidas o reguladores del crecimiento de las plantas, especialmente como herbicidas selectivos. Dichos compuestos son también fungicidas. Son  
15 particularmente útiles para reprimir las malezas en las cosechas.

Para uso como fungicidas, los compuestos se emplean preferiblemente para combatir las enfermedades fúngicas de las plantas.

20 Los compuestos se emplean normalmente en la forma de composiciones, las cuales pueden prepararse por mezcla de los ingredientes. Usualmente, las composiciones se producen inicialmente en la forma de concentrados, p.ej. que contienen 0,5-85% del presente compuesto, y éstas se  
25 diluyen con agua o hidrocarburos, usualmente con agua, para su aplicación, generalmente de tal modo que la concentración del compuesto es 0,05-5%, aunque en aplicaciones de volumen muy bajo la concentración puede ser más alta, p.ej. hasta 20%. Los porcentajes, las proporciones y las partes  
30 en esta memoria descriptiva se expresan en peso a no ser

1 - que se indique otra cosa.

Las composiciones contienen normalmente un agente tensioactivo y/o un vehículo.

5 El vehículo puede ser un líquido, p.ej. agua (p.ej. el agua utilizada para diluir un concentrado para su aplicación). Si se emplea agua como vehículo en un concentrado, puede estar presente también un disolvente orgánico como vehículo, aunque no se emplea éste usualmente. Un agente tensioactivo puede estar presente ventajosamente.

10 El vehículo puede ser un líquido distinto del agua, por ejemplo un disolvente orgánico, tal como un disolvente inmiscible con el agua, p.ej. un hidrocarburo que hierve dentro del intervalo 130-270°C, en el que el compuesto está disuelto o en suspensión. Un concentrado que  
15 contiene un disolvente inmiscible con el agua contiene también adecuadamente un agente tensioactivo de tal modo que el concentrado actúa como un aceite auto-emulsificable al mezclarse con el agua.

20 El vehículo puede ser un sólido, el cual puede estar finamente dividido. Ejemplos de sólidos adecuados son caliza, arcillas, arena, mica, creta, attapulgita, diatomita, perlita, sepiolita, sílices, silicatos, lignosulfonatos, turba y fertilizantes sólidos. El vehículo puede ser  
25 de origen natural o sintético, o puede ser un material natural modificado.

Pueden formarse polvos humectables solubles o dispersables en agua por mezcla del compuesto en forma constituida por partículas con un vehículo constituido asimismo por partículas, o por pulverización del compuesto fundido sobre el vehículo constituido por partículas, adición  
30

1 -de un agente humectante y un agente dispersante, y molienda  
fina de la mezcla total de polvo resultante.

Puede formarse una composición de aerosol por  
mezcla del compuesto con un propulsor, p.ej. un alcano po-  
5 lihalogenado tal como diclorodifluorometano, y adecuadamen-  
te también con un disolvente.

Puede formarse un concentrado de suspensión ca-  
paz de fluir por trituración del compuesto con agua, un  
agente humectante y un agente de suspensión.

10 Puede formarse un concentrado de suspensión capaz  
de fluir en el que el vehículo es un hidrocarburo que hier-  
ve dentro del intervalo de 130-270°C en lugar de agua.

Así, la presente composición puede, por ejemplo,  
ser sólida (p.ej. en forma de polvo fino o gránulos) y con-  
15 tener un vehículo sólido, o líquida (p.ej. un concentrado  
emulsificable) y contener un vehículo líquido que es un  
hidrocarburo que hierve dentro del intervalo de 130-270°C.

El término "agente tensioactivo" se utiliza en  
el sentido amplio para incluir materiales denominados di-  
20 versamente agentes emulsificantes, agentes dispersantes y  
agentes humectantes. Tales agentes son bien conocidos en  
la técnica.

Los agentes tensioactivos utilizados pueden com-  
prender agentes tensioactivos aniónicos, por ejemplo mono-  
25 ó di-ésteres de ácido fosfórico con etoxilatos de alcoholes  
grasos o sales de tales ésteres, sulfatos de alcohol graso  
tales como dodecilsulfato de sodio, sulfatos de alcoholes  
grasos etoxilados, sulfatos de alcohilfenoles etoxilados,  
ligninsulfonatos, sulfonatos de petróleo, alcohilarilsulfo-  
30 natos tales como alcohilbencenosulfonatos o alcohilnafta-

1 -lenosulfonatos inferiores, sales de condensados de nafta-  
leno sulfonado-formaldehido, sales de condensados de fenol  
sulfonado-formaldehido, o sulfonatos más complejos tales  
5 como los sulfonatos de amidas, p.ej. el producto de conden-  
sación sulfonado de ácido oleico y N-metiltaurina o los  
dialcohol-sulfosuccinatos, p.ej. el sulfonato de sodio del  
succinato de dioctilo.

Los agentes tensioactivos pueden comprender  
también agentes no iónicos, por ejemplo productos de con-  
10 densación de ésteres de ácidos grasos, alcoholes grasos,  
amidas de ácido graso o fenoles sustituidos con alcohol,  
con óxido de etileno, ésteres grasos de éteres de alcoholes  
polivalentes, p.ej. ésteres de ácidos grasos de sorbitán,  
productos de condensación de tales ésteres con óxido de  
15 etileno, p.ej. ésteres de ácidos grasos de poli(oxietilen-  
sorbitán), copolímeros de bloque de óxido de etileno y óxi-  
do de propileno, glicoles acetilénicos tales como 2,4,7,9-  
-tetrametil-5-decín-4,7-diol, o glicoles acetilénicos eto-  
xilados.

20 Los agentes tensioactivos pueden comprender  
también agentes catiónicos, por ejemplo compuestos de amo-  
nio cuaternario sustituidos con alcohol y/o arilo, tales  
como bromuro de cetil-trimetilamonio, o aminas grasas ter-  
ciarias etoxiladas.

25 Agentes tensioactivos preferidos incluyen sulfa-  
tos de alcohol graso etoxilados, ligninsulfonatos, alcohol-  
-arilsulfonatos, sales de condensados de naftaleno sulfona-  
do-formaldehido, sales de condensados de fenol sulfonado-  
-formaldehido, oleoil N-metiltaurida de sodio, sulfosucci-  
natos de dialcohol, etoxilatos de alcoholfenol, y alcohol-

1 -etoxilatos grasos.

Pueden emplearse cantidades de agente tensioactivo mayores, p.ej. 5-50% de un concentrado, que las que están presentes normalmente en las composiciones comerciales plaguicidas o reguladoras del crecimiento de las plantas, con el fin de incrementar la actividad de los compuestos.

El presente compuesto activo puede mezclarse con otro plaguicida, p.ej. herbicida, fungicida o insecticida, o con otro regulador del crecimiento de las plantas. La invención proporciona una presentación en un solo envase, en el cual el compuesto de la presente invención está mezclado ya con otro plaguicida o regulador del crecimiento de las plantas, así como un único envase diseñado para contener el presente compuesto y otro plaguicida o regulador del crecimiento de las plantas en recipientes separados, para su mezclado, p.ej. en un depósito de pulverización, para su aplicación. Se obtienen ventajas particulares con mezclas con otro herbicida. El presente compuesto puede utilizarse secuencialmente con otro plaguicida o regulador del crecimiento de las plantas, en particular con otro herbicida, aplicándose p.ej. un herbicida antes de la plantación o antes del momento en que brota una cosecha, y aplicándose el otro herbicida después de haber brotado la cosecha.

El otro herbicida puede ser, por ejemplo, uno o más de entre un ácido fenoxialifático, urea sustituida, triazina, fenol, nitrilo, compuesto de bupiridilio, ácido benzoico sustituido, ácido alifático halogenado, carbamato, tiocarbamato, cloroacetamida, diazina o herbicida de arsénico. Con respecto a las composiciones herbicidas selectivas para uso con posterioridad al momento del brote de la

1 planta, el presente compuesto puede utilizarse en mezcla  
con, por ejemplo, un ácido fenoxialifático; con respecto a  
las composiciones herbicidas selectivas para uso con ante-  
rioridad al momento del brote, el presente compuesto puede  
5 utilizarse en mezcla con, por ejemplo, una urea o triazina  
sustituída; con respecto al uso herbicida selectivo secuen-  
cial, puede aplicarse por ejemplo antes del momento del  
brote de la cosecha diisopropiltiocarbamato de S-2,3-diclo-  
roalilo ó diisopropiltiocarbamato de S-2,3,3-tricloroalilo,  
10 y el presente compuesto después del momento de brotar la  
cosecha.

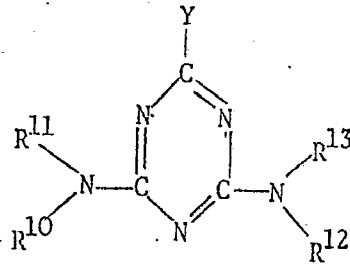
El ácido fenoxialifático comprende generalmente  
ácidos fenoxialifáticos sustituidos con alcoholo y/o haló-  
geno, y sus sales, por ejemplo sales de metal alcalino, de  
15 aminas y de alcanolaminas, y derivados funcionales, por  
ejemplo ésteres y amidas. Estos compuestos pueden exhibir  
actividad de tal modo que los mismos estén reconocidos co-  
mo herbicidas comerciales, o pueden poseer sólo una ligera  
actividad como herbicida. Ejemplos de los ácidos fenoxiali-  
20 fáticos sustituidos que pueden mencionarse incluyen ácido  
2,4-diclorofenoxiacético, ácido 2-(2,4-diclorofenoxi)-pro-  
piónico, ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético, ácido 2,4,5-  
-triclorofenoxiacético, ácido gamma-2,4-diclorofenoxibutí-  
rico, ácido gamma-2-metil-4-clorofenoxibutírico, ácido al-  
25 fa-2-metil-4-clorofenoxipropiónico, ácido 2-(4-[2,4-diclo-  
rofenoxi]fenoxi)propiónico y ácido 2-(4-[4-clorofenoxi]-  
fenoxi)propiónico.

La urea sustituida comprende generalmente una  
urea tri- ó tetrasustituida tal como N'-(3-cloro-4-metoxi-  
30 fenil)-N,N-dimetilurea, N'-(3-cloro-4-metilfenil)-N,N-dime-

1 tilurea, N'-(3-cloro-4-metilfenil)-N,N-dimetilurea, N-pa-  
 2 raclorofenil-N,N-dimetilurea, N-butil-N'-(3,4-diclorofenil)-  
 3 -N-metilurea, N'-paraclorofenil-O,N,N,-trimetilisourea,  
 4 N'-p-clorofenil-N-metoxi-N-metilurea, N,N-dimetil-N'-fenil-  
 5 urea, 3-(4-bromofenil)-1-metoxi-1-metilurea, 1-(2-benzotia-  
 6 zolil)-3-metilurea, N,N-dimetil-N'-(4-[1-metiletil]fenil)-  
 7 urea, N'-(3,4-diclorofenil)-N-metoxi-N-metilurea, ó N,N-di-  
 8 metil-N'-(3-(trifluorometil)fenil)urea.

9 El herbicida de triazina comprende generalmente  
 10 2-cloro-4-(1-ciano-1-metilamino)-6-etilamino-1,3,5-triazi-  
 11 na ó 2-isopropilamino-4-(3-metoxipropilamino)-6-metiltio-  
 12 -1,3,5-triazina o un compuesto de la fórmula:

15



20

16 donde Y es un átomo de halógeno, un grupo OR o un grupo SR,  
 17 donde R es un grupo alcoholo, R<sup>11</sup> y R<sup>13</sup> son iguales o di-  
 18 ferentes y son hidrógeno o alcoholo, y R<sup>10</sup> y R<sup>12</sup> son gru-  
 19 pos alcoholo diferentes, tales como 2-cloro-4,6-bisetilami-  
 20 no-1,3,5-triazina, 2-cloro-6-etilamino-4-isopropilamino-  
 21 -1,3,5-triazina, ó 2,4-bis(isopropilamino)-6-metiltio-1,3,5-  
 22 -triazina.

25

30

23 El herbicida de fenol comprende generalmente 4,6-  
 24 -dinitro-o-cresol, 4,6-dinitro-2-sec.butilfenol, o penta-  
 25 -clorofenol. El herbicida de nitrilo comprende generalmente  
 26 3,5-diyodo-4-hidroxibenzonitrilo, 3,5-dibromo-4-hidroxiben-  
 27 zonitrilo ó 2,6-diclorobenzonitrilo. El herbicida de bipi-

1 -ridilio comprende generalmente dicloruro de 1,1'-dimetil-  
-4,4'-bipiridilio ó dibromuro de 1,1'-etileno-2,2'-bipiri-  
dilio. El herbicida de ácido benzoico sustituido comprende  
5 generalmente ácido 2,3,6-triclorobenzoico, ácido 2-metoxi-  
-3,6-diclorobenzoico ó N-(1,1-dimetilpropinil)-3,5-diclo-  
robenzamida. El herbicida de ácido alifático halogenado  
comprende generalmente ácido tricloroacético ó ácido 2,2-  
-dicloropropiónico. El herbicida de carbamato comprende  
10 generalmente N-(3-clorofenil)carbamato de isopropilo, N-(3-  
-clorofenil)carbamato de 4-cloro-2-butinilo, 3-(m-tolilcar-  
bamoiloxi)fenilcarbamato de metilo, ó D-N-etil-2-(fenilcar-  
bamoiloxi)propionamida. El herbicida de tiocarbamato com-  
prende generalmente N,N-dipropiltiocarbamato de S-etilo,  
N,N-diisobutiltiocarbamato de S-etilo, N,N-diisopropiltio-  
15 carbamato de S-(2,3-dicloroalilo), N-etil-N-ciclohexiltio-  
carbamato de S-etilo, butiletiltiocarbamato de S-propilo,  
ó N,N-diisopropiltiocarbamato de S-(2,3,3-tricloroalilo).  
El herbicida de cloroacetamida comprende generalmente N,N-  
-dialil-2-cloroacetamida ó N-isopropil-2-cloroacetanilida.  
20 El herbicida de diazina comprende generalmente 5-bromo-6-  
-metil-3-sec-butyluracilo, 3-ciclohexil-5,6-trimetilenoura-  
cilo, 5-amino-4-cloro-2-fenil-3-piridazinona ó 1,2-dihidro  
piridazina-3,6-diona. El herbicida de arsénico comprende  
25 generalmente una sal de ácido metanoarsónico c ácido caco-  
dílico. Otros herbicidas que pueden utilizarse como el se-  
gundo herbicida incluyen el ion 1,2-dimetil-3,5-difenilpi-  
razolio, etil N-benzoil-N-(3,4-diclorofenil)alanina, N-iso-  
butil-2-oxo-1-imidazolidina-carboxamida, aminotriazol, 2,3-  
-dicloro-1,4-naftoquinona, ácido 4-amino-3,5,6-tricloropi-  
30 colínico, N,N-dimetil-2,2-difenilacetamina, 2,6-dinitro-N,N-

1 --dipropil-4-trifluorometilanilina, N-butil-N-etil-2,6-dini-  
tro-4-trifluorometilanilina, fosforotritioato de S,S,S-tri-  
butilo, 2-etoxi-2,3-dihidro-3,3-dimetil-5-benzofuranil me-  
tilsulfonato, ácido 4-cloro-2-oxobenzotiazolin-3-il acéti-  
5 co, 3-isopropil-2,1,3-benzotiadiazinon-(4)-2,2-dióxido,  
3,5-dibromo-4-hidroxibenzaldehído 2,4-dinitrofeniloxima,  
2-cloro-3-(4-clorofenil)propionato de metilo, cloruro de  
2-cloroetiltrimetilamonio, 4-metilsulfoniloxi-2-butinil m-  
-clorocarbenilato, 2-(N-benzoil-3-cloro-4-fluoroanilino)-  
10 propionato de isopropilo, 2-(N-benzoil-3-cloro-4-fluoroani-  
lino)propionato de metilo, 2-cloro-N-(1,3-dioxolan-2-ilme-  
til)-2',6'-dimetilacetanilida, 2-cloro-1-(3-etoxi-4-nitro-  
fenoxi)-4-trifluorometilbenceno, 2-(4- $\int$ 2',4'-diclorofeno-  
xi $\int$ fenoxi)propionato de metilo ó 2-(4- $\int$ 4'-clorofenoxi $\int$ -  
15 fenoxi)propionato de isobutilo.

El otro herbicida puede ser particularmente otro herbicida de cereales, p.ej. uno que combata las malezas de monocotiledóneas o presera en un cultivo de cereales.

El presente compuesto se puede utilizar en mezcla  
20 o sucesivamente con un fungicida, particularmente con un  
fungicida para cereales. El fungicida puede ser por ejemplo  
uno o más de maneb (etilenobisditiocarbamato de manganeso  
polímero), zineb (etil enobisditiocarbamato de zinc), man-  
cozeb (que puede considerarse como una mezcla de maneb y  
25 zineb), thiram (disulfuro de tetrametiltiouramilo), dita-  
limfos (ftalimidofosfonotioato de O,O-dietilo), tridemorph  
(2,6-dimetil-4-tridecilmorfolina), fluotrimazol (1- $\int$ dife-  
nil-(3-trifluorometilfenil)metil $\int$ -1,2,4-triazol), ethiri-  
mol (5-butil-2-etilamino-4-hidroxi-6-metilpirimidina), tri-  
30 forina (1,4-di $\int$ 2,2,2-tricloro-1-formamidoetil $\int$ piperazina),

1 pyracarbolid (3,4-dihidro-6-metilpiran-5-carboxanilida),  
 aducto de zineb-disulfuro de etilenotiouramilo, carbendazin  
 (benzimidazol-2-ilcarbamato de metilo), captafol (3a,4,7,7a-  
 tetrahidro-N-[1,1,2,2-tetracloroetanosulfenil]-ftalimida),  
 5 tiofanato (1,2-di[3-etoxicarbonil-2-tioureido]-benceno),  
 propineb (propilenobisditiocarbamato de zinc polímero), oxi-  
 carboxín (2,3-dihidro-6-metil-5-fenilcarbamoil-1,4-oxatiin  
 4,4-dióxido), quintozene (pentacloronitrobenceno), benomyl  
 (1-[butilcarbamoil]-benzimidazol-2-ilcarbamato de metilo),  
 10 benadanil (2-yodobenzanilida), dichlofluanid (N-diclorofluo-  
 rometanosulfenil-N',N'-dimetil-N-fenilsulfamida), azufre,  
 compuestos de cobre, iprodiona (3-[3,5-diclorofenil]-1-  
 -[1-metiletil]-aminocarbonil]-imidazolidina-2,4-diona,  
 ziram (dimetilditiocarbamato de zinc), nabam (etilenobisdi-  
 15 tiocarbamato de disodio), y triadimefón (1-(4-clorofenoxi)-  
 -3,3-dimetil-1-(1,2,4-triazol-1-il)-2-butanona).

El presente compuesto puede utilizarse en mezcla  
 o sucesivamente con un insecticida, particularmente un in-  
 secticida para cereales. El insecticida puede ser por ejem-  
 20 plo uno o más de demeton-S-metil (O,O-dimetil-fosforotioato  
 de S-2-etiltioetilo), dimetoato (O,O-dimetil S-metilcarba-  
 moilmetil fosforoditioato), formotión (S-[N-formil-N-me-  
 tilcarbamoilmetil]-O,O-dimetil fosforoditioato), oxidemet-  
 ton-metil (S-2-etilsulfiniletil O,O-dimetilfosforotioato),  
 pirimicarb (2-dimetilamino-5,6-dimetilpirimidin-4-il dime-  
 25 tilcarbamato), tiometón (S-2-etiltioetil O,O-dimetil fosfo-  
 roditioato), BHC (hexacloruro de benceno), aldrín (1,2,3-  
 4,10,10-hexacloro-1,4a,5,8,8a-hexahidro-exo-1,4-endo-5,8-  
 -dimetanonaftaleno), fenitrotión (O,O-dimetil O-4-nitro-m-  
 -tolil fosforotioato), ometoato (O,O-dimetil S-metilcarba-  
 30 moilmetil fosforotioato), pirimifos-metil (O-2-dietilami-

1 no-6-metil-pirimidin-4-il 0,0-dimetil fosforotioato) y DDT  
(1,1,1-tricloro-2,2-di[clorofenil]etano).

5 La relación del presente compuesto al otro plaguicida o regulador del crecimiento de las plantas puede variar dentro de un amplio intervalo de acuerdo con los compuestos particulares implicados y el uso propuesto. En general, la relación del presente compuesto a otro plaguicida o regulador del crecimiento de las plantas está comprendida dentro del intervalo de 1:0,1 a 1:15.

10 En una realización particular, se emplea 3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo como un herbicida selectivo en combinación con clortolurón (N'-(3-cloro-4-metilfenil)-N,N-dimetilurea) y opcionalmente mecoprop (ácido 2-(4-cloro-2-metilfenoxi)-propanoico o una sal del mismo), p.ej. en proporciones respectivas de 0,3, 2,5 y 2,0, kg por hectárea.

15 Los presentes compuestos pueden encontrarse en mezcla con aceites no fitotóxicos, p.ej. Fyzol 11E, Agri-Oil Plus, ó Sun Oil 11E.

20 Los compuestos se pueden emplear en asociación con un antídoto de los herbicidas (una sustancia que tiene la propiedad de mejorar la seguridad de los compuestos para las cosechas), p.ej. N,N-dialil-2,2-dicloroacetamida, 4'-cloro-2-hidroxiiminoacetanilida ó anhídrido 1,8-naftálico. Aunque el antídoto puede aplicarse en mezcla con uno o más de los compuestos esenciales, preferiblemente se aplica por separado, y especialmente como un tratamiento de las semillas de las cosechas. La relación en peso de herbicida total a antídoto es preferiblemente de 1:2 a 8:1.

30 Los compuestos pueden estar en mezcla con una

1 sal inorgánica tal como sulfato de amonio que mejora la  
actividad de algunos herbicidas. Para esto, dicha sal pue-  
de aplicarse por ejemplo a un nivel de 0,5-20, p.ej. 2 kg  
por hectárea, y puede mezclarse con el presente compuesto  
5 en un depósito de pulverización inmediatamente antes de su  
empleo.

Los compuestos pueden estar mezclados con ferti-  
lizantes.

10 En el uso de los presentes compuestos como herbi-  
cidas totales, usualmente se requieren niveles de aplica-  
ción elevados, por ejemplo al menos 10 kg por hectárea, ta-  
les como 10-25 kg por hectárea, a no ser que aquéllos estén  
mezclados con otros herbicidas, en cuyo caso puede reducir-  
se su dosificación.

15 En el uso de los presentes compuestos como herbi-  
cidas selectivos, el nivel de aplicación es usualmente mu-  
cho más bajo, y puede ser por ejemplo 0,05-10, preferible-  
mente 0,1-4 kg por hectárea. En una realización particular,  
el nivel como herbicida selectivo es 0,5-10, p.ej. 0,5-8,  
20 kg por hectárea, tal como 1-4 kg por hectárea.

En el uso de los compuestos como reguladores del  
crecimiento de las plantas, usualmente se requieren nive-  
les de aplicación bajos tales como 0,1-4, p.ej. 0,5-1, kg  
por hectárea.

25 Para uso como fungicidas, los compuestos se apli-  
can generalmente a un nivel de 1-6 kg por hectárea.

Los presentes compuestos pueden aplicarse a las  
plantas, al suelo vegetal, a áreas terrestres o acuáticas,  
o a materiales inanimados o almacenados, p.ej. productos  
30 textiles, papel, cuero o madera, susceptibles de sufrir el

1 - ataque de hongos. Aquéllos son herbicidas notables, espe-  
 cialmente para combatir selectivamente las malezas por apli-  
 cación a un lugar en el que está cultivándose o va a cul-  
 tivarse una cosecha. Así, los compuestos se pueden aplicar  
 5 antes o después de la plantación de la cosecha. Los com-  
 puestos pueden emplearse para uso previo al brote de las  
 plantas, o con posterioridad a éste. La cosecha puede ser  
 por ejemplo una cosecha de cereales, p.ej. maíz (Zea mais),  
 trigo (Triticum aestivum), cebada (Hordeum vulgare),  
 10 centeno (Lolium spp.), avena (Avena sativa), o arroz (Oryza  
sativa), guisantes (Pisum sativum), ballico (Lolium perenne),  
 patatas (Solanum spp), cebollas (Allium cepa), judías blan-  
 cas comunes (Phaseolus vulgaris), girasoles (Helianthus  
spp), hierba "Timothy" (Phleum spp), cacahuetes (Arachis  
 15 hypogea), soja (Glycine max) o algodón (Gossypium spp),  
 especialmente una cosecha de cereales o patatas, en parti-  
 cular una cosecha de cereales de invierno.

Los presentes compuestos son activos contra una  
 gran variedad de malezas, p.ej. malezas de monocotiledóneas  
 20 tales como avena loca o hierba negra, y son particularmen-  
 te activos contra las malezas de hoja ancha.

Aquellos son activos, por ejemplo, contra la ave-  
 na loca (Avena fatua), hierba negra (Alopecurus myosuroides),  
 quenopodio blanco (Chenopodium album), verdolaga (Portula-  
 25 ca oleracea), sida espinosa (Sida spinoso), pamplina (Ste-  
llaria media), manzanilla loca (Tripleurospermum maritimum),  
 persicaria pálida (Polygonum lapathifolium), verónica (Ve-  
ronica persica), chual (Amaranthus retroflexus), mostaza  
 (Sinapis alba), maravilla anual (Ipomoea annua) y sen de  
 30 hoja ancha (Cassia obtusifolia).

1 Los presentes compuestos son también fungicidas.  
Son activos contra las enfermedades de origen fúngico de  
las plantas, p.ej. las enfermedades fúngicas causadas por  
los mohos. Para uso como fungicidas, los compuestos se  
5 aplican preferiblemente a las cosechas, especialmente a  
los cereales o las judías.

Así, los compuestos se pueden utilizar para pro-  
teger las plantas contra las malezas y los hongos.

10 La invención se ilustra por los Ejemplos siguien-  
tes.

#### Ejemplo 1

Se añadió lentamente 2-ciano-3-etoxi-2-pentenoato  
de etilo (105 partes) a una solución agitada de clorhidra-  
15 to de hidroxilamina (48 partes) e hidróxido de sodio (27  
partes) en agua (250 partes). La mezcla se agitó durante 4  
horas, manteniendo la temperatura por debajo de 50°. Se se-  
paró luego por filtración el sólido cristalino y se recris-  
talizó en etanol para dar 5-amino-3-etilisooxazol-4-carbo-  
20 xilato de etilo (42 partes), punto de fusión 128-130°C.

Análisis: Encontrado: C, 51,99; H, 6,71; N, 14,91%

$C_8H_{12}N_2O_3$  requiere: C, 52,16; H, 6,57; N, 15,21%

Una mezcla de este compuesto (40 partes) e iso-  
cianato de etilo (45 partes) en una solución de trietilami-  
25 na (4 partes) en tolueno (350 partes) se calentó a reflujo  
durante 18 horas. La mezcla se evaporó a sequedad y el resi-  
duo se recristalizó en ciclohexano para dar 3-etil-5-(3-eti-  
lureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo (32 partes), punto  
de fusión 65-67°C.

1                   Análisis: Encontrado: C, 52,08; H, 6,94; N, 16,23%  
                    $C_{11}H_{17}N_3O_4$  requiere: C, 51,75; H, 6,71; N, 16,45%

Ejemplos 2-8

5                   Los compuestos siguientes se prepararon por métodos análogos al de la primera parte del Ejemplo 1:

	5-amino-3-metilisooxazol-4-carboxilato	
	de propilo	p.f. = 134-136°
	5-amino-3-metilisooxazol-4-carboxilato	
10	de isopropilo	p.f. = 120-122°
	5-amino-3-metilisooxazol-4-carboxilato	
	de butilo	p.f. = 100-102°
	5-amino-3-etilisooxazol-4-carboxilato	
	de etilo	p.f. = 128-130°
15	5-amino-3-etilisooxazol-4-carboxilato	
	de propilo	p.f. = 125-127°
	5-amino-3-etilisooxazol-4-carboxilato	
	de isopropilo	p.f. = 102-105°
	5-amino-3-propilisooxazol-4-carboxilato	
20	de etilo	p.f. = 108-110°

Ejemplos 9-53

25                   Se prepararon los compuestos siguientes de fórmula I en la que  $R^3$  y  $R^4$  representan hidrógeno y  $R^2$  representa un grupo de fórmula  $-COOR^{14}$ , por métodos análogos al descrito en el Ejemplo 1. Todos ellos dieron análisis elemental satisfactorio.

	<u>Ejemplo N<sup>o</sup></u>	<u>R<sup>1</sup></u>	<u>R<sup>14</sup></u>	<u>R<sup>5</sup></u>	<u>p.f. (°C)</u>
1	9	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	112-114
	10	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	156-158
	11	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	112-114
5	12	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	134-135
	13	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	134-135
	14	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	105-107
	15	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	ciclohexilo	147-148
	16	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	108-110
10	17	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	76-78
	18	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	CH <sub>3</sub>	91-94
	19	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	89-91
	20	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	79-81
	21	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	78-81
15	22	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	105-106
	23	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	4-ClC <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	172-173
	24	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	122-124
	25	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	64-66
	26	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	81-83
20	27	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	ciclohexilo	112-114
	28	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	88-90
	29	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	127-129
	30	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	132-134
	31	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	130-131
25	32	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	169-171
	33	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	168-170
	34	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	ciclohexilo	176-178
	35	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	87-89
	36	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	143-146
30	37	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	121-123

	<u>Ejemplo Nº</u>	<u>R<sup>1</sup></u>	<u>R<sup>14</sup></u>	<u>R<sup>5</sup></u>	<u>p.f. (°C)</u>
1	38	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	116-118
	39	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	CH <sub>3</sub>	155-157
	40	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	65-67
5	41	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	84-86
	42	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	75-77
	43	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	75-77
	44	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	62-64
	45	t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	114 <sup>a</sup>
10	46	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	156-159
	47	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	162-164
	48	CH <sub>3</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	92-94
	49	CH <sub>3</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	104-106
	50	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	103-104
15	51	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	134-136
	52	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	74-76
	53	t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub>	n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	174-175

Ejemplo 54

20 Se añadió lentamente (1-etoxipropilideno)malonitrilo (70 partes) a una solución agitada de clorhidrato de hidroxilamina (40 partes) e hidróxido de sodio (30 partes) en agua (200 partes). La mezcla se agitó durante 4 horas, manteniendo la temperatura por debajo de 50°C. El sólido

25 cristalino se separó luego por filtración y se recristalizó en agua para dar 5-amino-4-ciano-3-etilisooxazol (46,5 partes), de punto de fusión 139-141°C.

Análisis: Encontrado: C, 52,49; H, 5,24; N, 30,41%

C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O requiere: C, 52,54; H, 5,15; N, 30,64%

30 Una mezcla de este compuesto (40 partes) e iso-

1 cianato de butilo (45 partes) en una solución de trietila-  
mina (4 partes) en tolueno (350 partes) se calentó a refluj  
jo durante 18 horas. La mezcla se evaporó a sequedad y el  
residuo se recristalizó en etanol para dar 1-butil-3-(4-  
5 -ciano-3-etil-5-isooxazolil)urea (10 partes), de punto de  
fusión 171-173°C.

Análisis: Encontrado: C, 55,86; H, 7,07; N, 23,46%

$C_{11}H_{16}N_4O_2$  requiere: C, 55,91; H, 6,83; N, 23,72%

#### Ejemplo 55

10

Por un método análogo al del Ejemplo 54 se prepara-  
ró 1-etil-3-(4-ciano-3-etil-5-isooxazolil)urea, de punto  
de fusión 147-149°C.

#### Ejemplo 56

15

Una mezcla de 5-amino-3-metil-4-nitroisooxazol  
(50 partes) e isocianato de etilo (50 partes) en tolueno  
(350 partes) se calentó a reflujo y se añadió trietilamina  
(5 partes). La mezcla se calentó a reflujo durante 15 minu-  
20 tos y luego se enfrió en hielo. Se filtró el sólido y se  
lavó con gasolina ligera (p.eb. 40-60°C) para dar 5-(3-  
-etilureido)-3-metil-4-nitroisooxazol (45 partes), punto  
de fusión (p.f.) 181-183°C.

Análisis: Encontrado: C, 39,35; H, 4,70; N, 26,06

25

$C_7H_{10}N_4O_4$  requiere: C, 39,24; H, 4,71; N, 26,16

#### Ejemplos 57-60

30

Los compuestos siguientes de fórmula I en la que  
 $R^3$  y  $R^4$  representan cada uno un átomo de hidrógeno se pre-  
pararon por métodos análogos al del Ejemplo 56:

	<u>R<sup>1</sup></u>	<u>R<sup>2</sup></u>	<u>R<sup>5</sup></u>	<u>p.f. (°C)</u>
1	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	3-clorofenilo	205-207°
	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	176-178°
	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	180-181°
5	CH <sub>3</sub>	NO <sub>2</sub>	<u>n</u> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	154-156°

Ejemplos 61-68

Se sembraron semillas de guisantes (Pisum sativum), mostaza (Sinapis alba), linaza (Linum usitatissimum), ballico (Lolium perenne), remolacha azucarera (Beta vulgaris), avena (Avena sativa) y judías verdes (Phaseolus vulgaris) en bandejas de aluminio de 19 cm de longitud x 9,5 cm de anchura x 5 cm de profundidad, que contenían abono orgánico John Innes I para cultivo en macetas. Se regaron las bandejas y se pusieron en un cuarto con ambiente controlado (temperatura 22°C, humedad relativa 65-85%, iluminación artificial 14 horas al día a 13000 lux). Catorce días después de la siembra, las plantas de semillero se pulverizaron con suspensiones acuosas de los compuestos enumerados más adelante junto con 1000 partes por millón de producto de condensación nonilfenol/óxido de etileno como agente humectante en niveles equivalentes a 2,8 ó 0,7 kg de compuesto en 450 litros por hectárea. Las plantas tratadas se llevaron de nuevo al cuarto con ambiente controlado durante 7 días y se examinaron después visualmente para evaluar cualquier respuesta herbicida o de regulación del crecimiento. Todas las diferencias con respecto a los testigos sin tratar se anotaron en una escala de 0 a 100 en la que 0 representa un efecto nulo y 100 representa la destrucción total. Los resultados se resumen a continuación:

	<u>Compuesto Nivel</u>		<u>Actividad Herbicida</u>						
	<u>(Produc to del Ejemplo Nº)</u>	<u>(kg/ /ha)</u>	<u>Gui sañ tes</u>	<u>Mos- taza</u>	<u>Lina za</u>	<u>Balli co</u>	<u>Ave na</u>	<u>Remola cha azuca- rera</u>	<u>Judías verdes</u>
5	1	2,8	80	100	90	90	90	100	90
		0,7	30	100	60	60	40	100	30
	10	2,8	5	5	70	5	5	70	0
	11	2,8	50	100	90	60	50	100	30
		0,7	40	100	70	20	10	100	5
10	16	2,8	40	100	100	80	50	100	70
		0,7	15	40	70	5	5	30	5
	17	2,8	50	90	100	40	30	100	100
		0,7	40	70	60	5	20	90	80
	24	2,8	40	100	100	50	60	100	80
15		0,7	30	90	90	40	5	100	10
	25	2,8	80	100	100	70	70	100	100
		0,7	40	100	40	50	40	90	90
	26	2,8	50	100	100	70	50	100	90
		0,7	40	100	80	30	40	100	30

20

Ejemplos 69-74

En el mismo ensayo posterior al brote de la planta que se ha descrito en los Ejemplos 61-68, los compuestos siguientes dieron los resultados que se indican a continuación a un nivel de 2,8 kg por hectárea sobre guisantes (P), mostaza (M), linaza (L), ballico (R), avena (O), remolacha azucarera (S) y habichuela común (F):

30

2118

1	Compuesto	Actividad Herbicida						
		P	M	L	R	S	O	F
5	3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo	70	100	100	100	100	90	100
	3-etil-5-(3-butilureido)-isooxazol-4-carboxilato de propilo	40	100	100	80	100	30	90
	3-metil-5-(3-etilureido)-isooxazol-4-carboxilato de butilo	50	100	100	90	100	50	100
10	3-etil-5-(3-terc.butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo	30	100	100	40	100	70	100
	3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo	80	100	100	100	100	80	100
15	3-etil-5-(3-propilureido)-isooxazol-4-carboxilato de propilo	70	100	100	100	100	80	90

#### Ejemplos 75-82

Los compuestos enumerados a continuación, formulados como polvos finos de Attaclay/arena, se incorporaron en abono orgánico John Innes I para cultivo en macetas en un nivel equivalente a 26 partes por millón peso/volumen de ingrediente activo a suelo vegetal y se pusieron en bandejas de aluminio anodizado, de 19 cm de longitud x 9,5 cm de anchura x 5,0 cm de profundidad. Este nivel es aproximadamente equivalente a una aplicación en superficie de suelo vegetal de 11,2 kg de ingrediente activo por hectárea cultivada a una profundidad de 5 cm. Después de ello se sembraron semillas de guisantes (Pisum sativum), mostaza (Sinapis alba), linaza (Linum usitatissimum), maíz (Zea mays), avena (Avena sativa) y ballico (Lolium perenne) en el suelo vegetal tratado, se regaron y se pusieron en un

1 cuarto de ambiente controlado (temperatura 22°C, humedad  
relativa 65-85%, iluminación artificial 14 horas al día a  
13000 lux) durante 21 días. Las plantas que brotaron se exa-  
minaron después a simple vista en lo concerniente a cuales-  
5 quiera efectos de regulación del crecimiento o herbicidas.  
Todas las diferencias con respecto a los testigos sin tra-  
tar se registraron en una escala de 0 a 100 en la que 0  
representa efecto nulo y 100 representa destrucción comple-  
ta. Los resultados se resumen a continuación:

10

Produc to del Ejem- plo Nº	<u>Efecto Herbicida</u>					
	<u>Gui- san- tes</u>	<u>Mosta za</u>	<u>Lina- za</u>	<u>Ballico</u>	<u>Avena</u>	<u>Maíz</u>
1	20	100	100	100	90	30
10	80	100	100	100	100	30
11	60	100	100	100	100	40
16	80	100	100	100	100	40
17	80	100	100	100	100	5
24	60	100	100	100	100	70
25	5	100	100	100	90	5
26	10	70	70	90	60	5

20

#### Ejemplos 83-87

25 En el mismo ensayo con anterioridad al brote des-  
crito en los Ejemplos 75-82, los compuestos siguientes die-  
ron los resultados que se indican a continuación sobre gui-  
santes (P), mostaza (M), linaza (L), maíz (C), avena (O) y  
ballico (R):

30

1	Compuesto	Efecto Herbicida					
		P	M	L	C	O	R
5	3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo	40	100	100	30	100	100
	3-metil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de butilo	40	100	100	20	100	100
10	3-etil-5-(3-terc.butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo	30	100	100	70	100	100
	3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo	40	100	100	30	100	100
	3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo	40	100	100	10	100	100
15	<u>Ejemplos 88-94</u>						
	Los compuestos:						
	(A) 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de metilo;						
20	(B) 3-metil-5-(3-metilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;						
	(C) 3-metil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;						
	(D) 3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;						
25	(E) 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;						
	(F) 3-metil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo; y						
30	(G) 3-metil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo						

1 se formularon separadamente como polvos finos de Attaclay/  
/arena y se incorporaron en abono orgánico John Innes I pa-  
ra cultivo en macetas en un nivel equivalente a 6,5 partes  
5 por millón en peso/volumen de ingrediente activo a suelo  
vegetal y se pusieron en bandejas de aluminio anodizado de  
19 cm de longitud x 9,5 cm de anchura x 5,0 cm de altura.  
Esto es equivalente a una aplicación superficial de aproxi-  
madamente 2,8 kg de ingrediente activo por hectárea culti-  
vada a una profundidad de 5 cm. Se sembraron semillas de  
10 las especies enumeradas a continuación en el suelo vegetal,  
una sola especie por bandeja, se regaron, y se pusieron en  
un cuarto de ambiente controlado (22°C, humedad relativa  
65-85%, iluminación artificial 14 horas al día a 17000 lux)  
durante 21 días. Las plantas que brotaron se examinaron  
15 luego por cualquier efecto de regulación del crecimiento o  
herbicida. Todas las diferencias con relación a un testigo  
sin tratar se evaluaron en una escala de 0 a 100 en la que  
0 representa ausencia de efecto y 100 representa una des-  
trucción total. Los resultados se resumen a continuación:

20

25

30

2118

1	Especie	Compuesto						
		(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)
	Pamplina ( <u>Stellaria media</u> )	100	100	100	100	100	100	90
5	Mostaza ( <u>Sinapis alba</u> )	100	100	100	100	100	100	90
	Algodón ( <u>Gossypium sp</u> )	20	5	0	0	15	0	0
	Tomate ( <u>Lycopersicon esculentum</u> )	100	100	100	90	100	100	90
	Quenopodio blanco ( <u>Che- nopodium album</u> )	100	100	90	100	100	100	90
10	Zanahoria ( <u>Daucus carota</u> )	90	100	100	100	90	100	80
	Trigo ( <u>Triticum aesti- vum</u> )	20	90	70	40	70	50	0
	Cebada ( <u>Hordeum vulgare</u> )	30	90	90	90	90	90	0
	Avena loca ( <u>Avena fatua</u> )	70	90	100	90	100	100	30
15	Hierba negra ( <u>Alopecurus myosuroides</u> )	70	100	90	70	100	100	40

#### Ejemplos 95-98

20 Semillas de las diversas especies de monocotiledóneas que se enumeran abajo se sembraron en bandejas de aluminio anodizado de 19 cm de longitud x 9,5 cm de anchura x 5,0 cm de profundidad que contenía abono orgánico John Innes I para cultivo en macetas. Se regaron luego las bandejas y se pusieron en un cuarto de ambiente controlado (22°C, humedad relativa 65-85%, iluminación artificial 14 horas al día a 17000 lux). Catorce días después de la siembra, se administró a las plantas de semillero una pulverización foliar de

(A) 3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;

30 (B) 3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;

1 (C) 3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de propilo; o

(D) 3-etil-5-(3-etilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo;

5 formuladas como suspensiones acuosas junto con 2000 partes por millón de producto de condensación nonilfenol/óxido de etileno como agente humectante en niveles equivalentes a 1,4 ó 0,7 kg de compuesto en 450 litros por hectárea. Las plantas tratadas se llevaron nuevamente al cuarto de ambiente controlado durante 14 días y se examinaron después a simple vista en lo concerniente a cualquier posible efecto de regulación del crecimiento, o herbicida. Todas las diferencias con respecto a un testigo sin tratar se evaluaron en una escala de 0 a 100 en la que 0 significa ausencia de efecto y 100 significa destrucción total. Los resultados se resumen a continuación:

10

15

20

25

30

2118

1	Especie	Compuesto									
		Nivel de dosi- ficación, Kg/ha		(A)		(B)		(C)		(D)	
		1,4	0,7	1,4	0,7	1,4	0,7	1,4	0,7	1,4	0,7
5	Trigo ( <u>Triticum aestivum</u> )	30	-	20	-	30	-	30	-	30	-
	Cebada ( <u>Hordeum vulgare</u> )	20	-	20	-	30	-	30	-	30	-
	Avena loca ( <u>Avena fatua</u> )	40	-	30	-	70	-	50	-		
	Hierba negra ( <u>Alopecurus myosuroides</u> )	50	-	70	-	80	-	70	-		
10	Hierba de corral ( <u>Echinochloa crus-galli</u> )	30	-	30	-	70	-	30	-		
	Garranchuelo ( <u>Digitaria sanguinalis</u> )	70	-	70	-	100	-	70	-		
	Pamplina ( <u>Stellaria media</u> )	-	90	-	100	-	100	-	100	-	100
	Manzanilla loca ( <u>Matricaria sp</u> )	-	100	-	100	-	100	-	100	-	100
15	Presera ( <u>Galium aporine</u> )	-	100	-	100	-	100	-	100	-	100
	Persicaria pálida ( <u>Polygonum lopathifolium</u> )	-	100	-	100	-	90	-	100	-	100
	Quenopodio blanco ( <u>Chenopodium album</u> )	-	100	-	100	-	100	-	100	-	100
20	Maravilla del maíz ( <u>Chrysanthemum negetum</u> )	-	100	-	100	-	100	-	100	-	100
	Chual ( <u>Amaranthus retroflexus</u> )	-	100	-	100	-	100	-	100	-	100

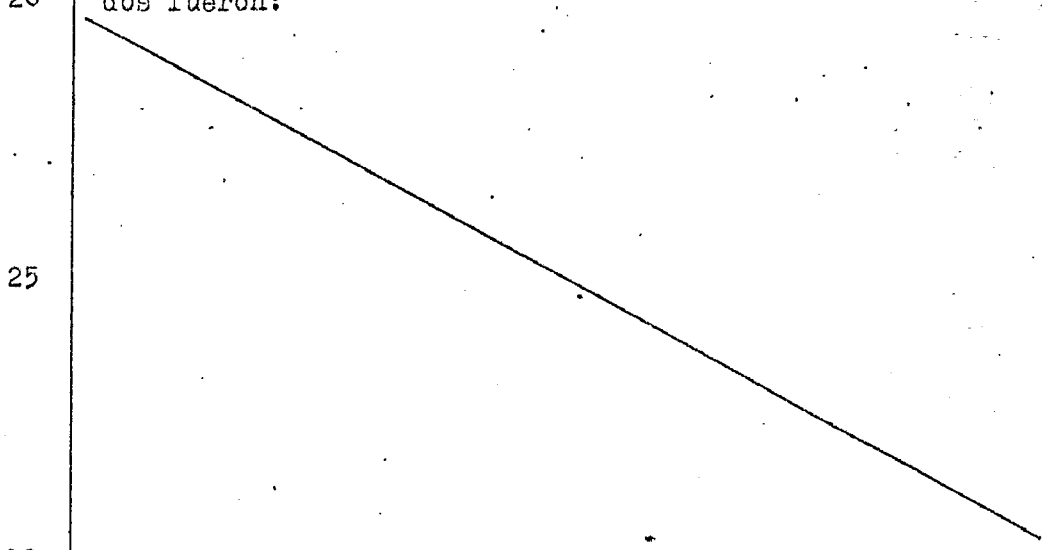
#### Ejemplos 99-102

25 Cada uno de los compuestos enumerados en la Tabla siguiente se mezcló como un polvo humectable al 50% en agua, junto con 0,1% de condensado de nonilfenol/óxido de etileno como agente humectante basado en el volumen de pulverización, y se pulverizó a un nivel de 0,5 ó 1,0 kg del compuesto por hectárea sobre las especies de cosechas y malezas siguientes en las etapas de crecimiento que se espe-

- 1 - cifican:
- Trigo de invierno - variedad Hobbit - Triticum aestivium -  
- 2,5 hojas
- Manzanilla loca - Tripleurospermum ma-  
5 ritimum - 4,5 hojas
- Pamplina - Stellaria media - 3,5  
pares de hojas y 2  
vástagos
- Verónica - Veronica persica - 2 -  
10 - 2,5 pares de hojas
- Persicaria pálida - Polygonum lapathifo-  
lium - 1,25 - 1,5 ho-  
jas

15 Las especies de plantas se cultivaron en un invernadero en macetas redondas de 11 cm en barro esterilizado. Se llevaron a cabo tres repeticiones por tratamiento. Tres semanas después del tratamiento, se evaluó el efecto herbicida en una escala en la que 0 representa la ausencia de efecto y 100 representa destrucción total. Los resultados fueron:

20



2118

25 30 15 10 5 1

Compuesto	Nivel, kg/ha	Trigo	Manzanilla loca	Pamplina	Verónica	Presera	Persicaria pálida
3-metil-5-(3-butilureido)isoxazol-4-carboxilato de propilo	0,5	0	65	65	65	65	80
	1,0	0	75	94	92	75	98
3-etil-5-(3-butilureido)isoxazol-4-carboxilato de etilo	0,5	0	65	80	92	50	80
	1,0	10	75	93	93	80	95
3-etil-5-(3-propilureido)isoxazol-4-carboxilato de etilo	0,5	2	80	95	95	35	100
	1,0	8	94	100	100	60	100
3-etil-5-(3-isopropilureido)isoxazol-4-carboxilato de etilo	0,5	0	55	75	92	10	92
	1,0	5	90	95	95	10	95

1 Ejemplo 103

Se preparó un polvo humectable al 50% por mezcla y micronización de lo siguiente:

5	3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo	50%
	Reax 45L (agente humectante y dispersante combinado basado en ligninsulfonato, de Westvaco Corp.)	5%
	Caolín	45%

10 Ejemplo 104

Se preparó un polvo humectable al 50% por mezcla y micronización de lo siguiente:

15	3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo	50%
	Reax 45L	5%
	Caolín	45%

Ejemplo 105

20 Se preparó un polvo humectable al 25% por mezcla y micronización de lo siguiente:

	3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo	25%
25	Arkopon T, altamente concentrado (oleil-N-metiltaurida de sodio, de Hoechst)	5%
	Sopropon T36 (agente dispersante de polycarboxilato, de Rhone-Poulenc)	2%
	Caolín	68%

Ejemplos 106 y 107

30 (A) 3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de eti-

1 lo; y  
 (B) 3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de  
 etilo,  
 formulados como en los Ejemplos 103 y 104 respectivamente,  
 5 se pulverizaron tardíamente después del brote en el campo  
 sobre las especies de cosechas y de malezas enumeradas en  
 la tabla siguiente al nivel de ingrediente activo que se  
 muestra también en la tabla que se da a continuación. Al  
 cabo de 3 semanas, se evaluó el efecto herbicida sobre ca-  
 10 da especie en una escala de 0 a 10 en la que 0 representa  
 ausencia de efecto y 10 representa destrucción total.

Los resultados son como sigue:

Producto químico	A			B		
	0,25	0,75	2,25	0,25	0,75	2,25
Nivel, kg/ha	0,25	0,75	2,25	0,25	0,75	2,25
<u>Especie sembrada</u>						
Trigo de primavera Paloma M	2	2	2,5	1	1	2
Cebada de primavera Visón M	1	1,5	2	0,5	1,5	2
Promesa dorada	1	1,5	2,5	1	2	2,5
Avena de primavera	0	0	2	0	0	0
Centeno de invierno	0,5	0,5	1,5	0,5	1	1,5
Avena loca	1,5	1,5	8,5	3	5	5,5
Persicaria pálida	7	8,5	10	5,5	9	9,5
Verónica B	6,5	8	8,5	6,5	8	7,5
Manzanilla loca S	7,5	7,5	8	5,5	7,5	8
Pamplina	2	6	7,5	3	5,5	7
Presera	1,5	1,5	2	1,5	2,5	2
Hierba negra	2	3	3	2,5	4	3

1	Producto químico	A			B		
		Nivel, kg/ha	0,25	0,75	2,25	0,25	0,75
	<u>Nativas</u>						
5	Enredadera negra	8,5	9	9,5	5,5	8,5	9
	Quenopodio blanco	9,5	10	10	10	10	10
	Centinodia	6	5,5	7,5	6	6,5	6,5
	Pimpinela escarlata	7	9	8,5	6	10	10
	Mostaza silvestre	8,5	9,5	9,5	6,5	9,5	10
10	Zuzón	6,5	9,5	10	3,5	7,5	9,5
	Campeón blanco	3	5	9,5	2,5	8,5	6,5

### Ejemplo 108

15 Se pulverizó el compuesto 3-etil-5-(3-isopropil-  
lureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo, formulado como  
en el Ejemplo 105, previamente al brote en el campo en que  
estaban creciendo las especies de cosechas y malezas que  
se enumeran en la tabla siguiente. El nivel de aplicación  
20 fué 1,11 kg del producto químico por hectárea. Al cabo de  
7 y 13 semanas, se evaluó el efecto herbicida en cada es-  
pecie en una escala de 0 a 10 en la que 0 representa efec-  
to nulo y 10 representa destrucción total. Los resultados  
son como sigue:

25		7 Semanas	13 Semanas
	<u>Especie Sembrada</u>		
	Cebada de primavera		
	Visón M	1	2
	Promesa dorada	2	2
30	Avena de primavera	2	1,5

	7 Semanas	13 Semanas
1		
	Centeno de invierno	2
	Avena loca	5
	Mostaza	7
5	Persicaria pálida	8
	Verónica B	9,5
	Manzanilla loca S	9,5
	Pamplina	9
	Presera	9,5
10	Hierba negra	7
		5
	<u>Nativas</u>	
	Mostaza silvestre	-
	Quenopodio blanco	-
	Enredadera negra	9
15	Gramma	7,5
	Centinodia	2
	Cardo rastrero	-
		8
		1,5
		3

Ejemplos 109 y 110

- 20 Los compuestos
- (a) 3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo; y
- (b) 3-etil-5-(3-propilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo,
- 25 formulados como en los Ejemplos 103 y 104 respectivamente, se pulverizaron con posterioridad al brote sobre las especies de cosechas y malezas enumeradas en la tabla siguiente al nivel de ingrediente activo que se indica también en la tabla siguiente. Al cabo de 6 semanas, se evaluó el efecto
- 30 herbicida en una escala de 0 a 10 en la que 0 representa

1 efecto nulo y 10 representa destrucción total.

Los resultados son como sigue:

5	Especie	Producto químico, nivel por hec- tárea		A	B	A	B
		0,3 kg	0,3 kg	1 kg	1 kg	1 kg	1 kg
	Maíz	2	1,5	3	4		
	Mijo perla	8	8,5	9,5	9		
	Hierba de corral	2	3,5	3	3,5		
	Mijo común	5,5	9	9	9,5		
10	Mijo de Italia	5	6,5	7	8		
	Sorgo	3,5	2,5	4	2,5		
	Arroz	1	1	1,5	1		
	Trigo -						
	Paloma M	2	6,5	6	7,5		
15	Sappo	2	5	5,5	5		
	Cebada -						
	Promesa dorada	0	2,5	2	3		
	Visón M	1,5	2	2	2,5		
	Avena	2,5	1,5	3	1,5		
	Centeno	6	4	4	5		
20	Avena loca	5	6	3,5	5,5		
	Ballico perenne	4,5	5,5	5	5,5		
	Ballico de Italia	2	4,5	4	5		
	Colza de aceite -						
	Erglu	5,5	9	-	-		
25	Haplona M	8,5	8,5	9,5	9,5		
	Mostaza	5	5,5	8	7		
	Mostaza silvestre	9	9	9,5	9,5		
	Hoja de terciopelo	7,5	8	9,5	9		
	Alforfón	9,5	9,5	9,5	10		
30	Remolacha azucarera	8,5	9,5	9,5	10		

1	Especie	Producto químico, nivel por hec- tárea			
		A 0,3 kg	B 0,3 kg	A 1 kg	B 1 kg
5	Soja	4	2,5	5,5	4,5
	Cacahuetes	5,5	5,5	4,5	4
	Guisantes	2	2	3	3
	Judías blancas comunes	1,5	5,5	3	7
	Girasoles	2	5	7,5	7
10	Patatas	0,5	1,5	1	1,5
	Hierba Timothy	2	2,5	4	7,5
	Algodón	2,5	2,5	3	3
	Chual	7,5	7	9	9,5
	Koelia	6,5	8,5	9,5	9,5
15	Quenopodio blanco	8,5	9,5	9,5	9,5
	Verdolaga	8,5	9	9,5	9
	Pamplina	9	9	9,5	9,5
	Manzanilla loca S	9	9,5	10	9,5
	Manzanilla loca sin lígulas	5,5	8	9,5	9,5
20	Verónica B	8,5	8,5	9	10
	Pensamiento silvestre	7,5	7,5	9,5	9
	Maravilla del maíz	5	9,5	9,5	9,5
	Persicaria pálida	9	9,5	10	10
	Persicaria Penn	5,5	5	8,5	7,5
25	Sen de hoja ancha	4	7	3,5	4,5
	Maravilla anual	2	3	2,5	3
	Estramonio	9,5	9	9	9
	Holco lanoso	1	1,5	1,5	1,5
	Gramma (semilla)	3	2	2,5	2
30	Espiguilla anual	2,5	2,5	2	3,5

Especie	Producto químico, nivel por hec- tárea			
	A 0,3 kg	B 0,3 kg	A 1 kg	B 1 kg
Sprangletop"	0,5	2	2,5	3
Alopecuro G	1	2	2,5	4
Maicillo	2,5	2,5	3,5	5,5
Garranchuelo	1,5	3	2,5	5
Cebollas	2	2	2,5	3
Bromo velloso	4	4,5	3,5	4
Alopecuro amarillo	3,5	3	2,5	3,5
Alpiste	3,5	3,5	4	5,5
Hierba negra	7	8	6	7

#### Ejemplo 111

Una mezcla de 5-[3-isopropilureido]-3-metil-4-nitro-isooxazol (52 partes) y cloruro de oxalilo (70 partes) en tolueno (500 partes) se calentó a reflujo durante 5,5 horas. La solución se evaporó y el residuo se recristalizó en etanol para dar 5-[3-isopropil-2,4,5-trioxoimidazolidin-1-il]-3-metil-4-nitroisooxazol (34 partes), punto de fusión 124-126°C.

Análisis: Encontrado: C, 42,30; H, 4,00; N, 20,09%

$C_{10}H_{10}N_4O_6$  requiere: C, 42,56; H, 3,57; N, 19,85%

#### Ejemplo 112

Una mezcla de 3-etil-5-[3-ciclohexilureido]-isooxazol-4-carboxilato de metilo (40 partes) y cloruro de oxalilo (40 partes) en tolueno (400 partes) se calentó a reflujo durante 2,5 horas. La solución se evaporó y el residuo

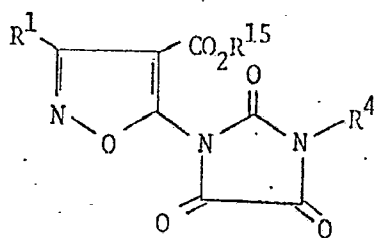
1 se recristalizó en etanol para dar 5-[3-ciclohexil-2,4,5-  
-trioxoimidazolidin-1-il]-3-etilisooxazol-4-carboxilato de  
metilo (28 partes), punto de fusión 120-122°C.

Análisis: Encontrado: C, 55,29; H, 5,75; N, 11,94%

5  $C_{16}H_{19}N_3O_6$  requiere: C, 55,01; H, 5,48; N, 12,03%

### Ejemplos 113-118

Se prepararon los compuestos siguientes por métodos análogos al del Ejemplo 112:



15

<u>R<sup>1</sup></u>	<u>R<sup>15</sup></u>	<u>R<sup>4</sup></u>	<u>Punto de fusión (°C)</u>
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	112-114
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	85-86
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	104-106
20 CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	124-125
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	<u>iso</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	67-69
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	<u>n</u> -C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	45-47

### Ejemplo 119

25

Una solución de aldehído piválico (200 partes) en etanol (400 partes) se añadió a una solución de clorhidrato de hidroxilamina (320 partes) e hidróxido de sodio (185 partes) en agua (650 partes) y la solución se calentó a reflujo durante media hora. La mezcla se enfrió y se extrajo con éter (3 x 400 ml). Los extractos etéreos se seca-

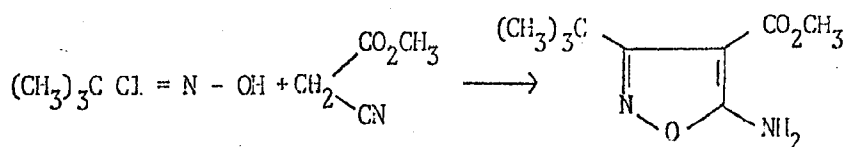
30

1 ron, se evaporaron y se destilaron a vacío para dar oxima del aldehído piválico (130 partes), de punto de ebullición 68-74°C/30 mm Hg.

5 Ejemplo 120

Se añadió lentamente una solución de cloro (41 partes) en tetracloruro de carbono (300 ml), con agitación, a una solución de oxima de aldehído piválico (58 partes) en tetracloruro de carbono (300 ml). La temperatura se mantuvo a 10°C a todo lo largo de la adición, y la agitación se mantuvo después durante 22 horas más. La evaporación de la mezcla dió cloruro de pivalohidroximoilo (92,7 partes).

15 Ejemplo 121



20 Una solución de metóxido de sodio (44,5 partes) en metanol (300 ml) se trató con cianoacetato de metilo (67,7 partes), y se añadió lentamente cloruro de pivalohidroximoilo (92,7 partes) con agitación. La temperatura se mantuvo en el intervalo de 10-15°C durante la adición. La mezcla se agitó durante 3 horas más a 25°C y luego se evaporó a sequedad. El residuo se recristalizó en ciclohexano para dar 5-amino-3-terc.butil-isooxazol-4-carboxilato de metilo (46,8 partes), punto de fusión 103-106°C.

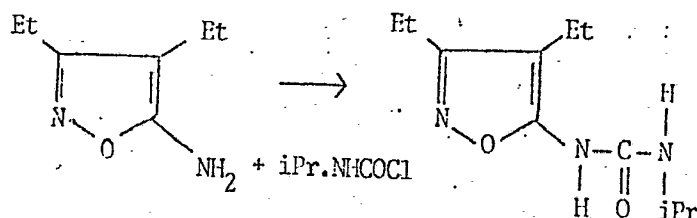
30

2118

1

Ejemplo 122

5



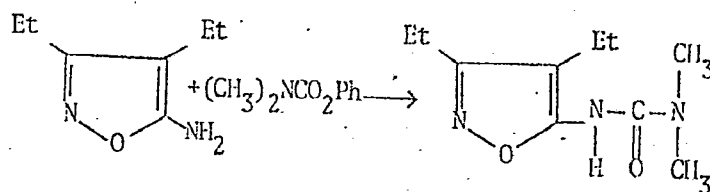
10

La isooxazol-amina en piridina y trietilamina a  $0^{\circ}C$  se trata con el cloruro de carbamoilo, y la mezcla resultante se agita a la temperatura ambiente durante 10 días. La evaporación de los disolventes da un residuo que se trata con agua dando 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo.

15

Ejemplo 123

20

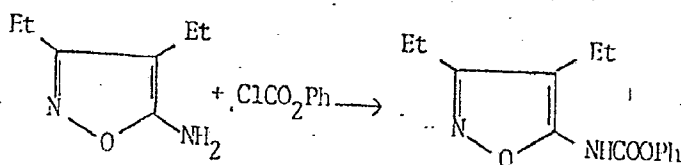


La isooxazolamina y el N,N-dimetilcarbamato de fenilo en tolueno se calientan a reflujo durante 24 horas. Se evapora el tolueno, y se recristaliza el residuo dando la isooxazolilurea requerida.

25

Ejemplo 124

30



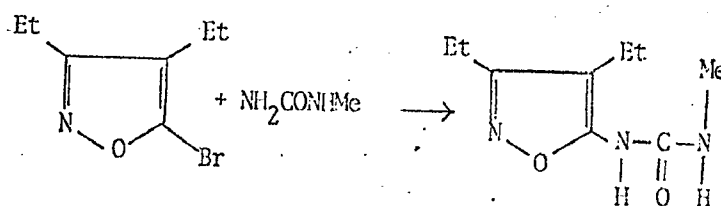
1 La isooxazolamina en trietilamina y piridina a  
 0°C se trata con cloroformiato de fenilo y la mezcla se  
 agita a la temperatura ambiente durante 7 días. Se separan  
 los reactivos en exceso, y se obtiene el carbamato de feni  
 5 lo.

#### Ejemplo 125

El carbamato de fenilo preparado en el Ejemplo  
 124 y butilamina en tolueno se calientan a reflujo durante  
 10 24 horas. Se evaporan los disolventes y se recristaliza el  
 residuo dando 3-etil-5-(3-n-butilureido)isooxazol-4-carbo-  
 xilato de etilo.

#### Ejemplo 126

15

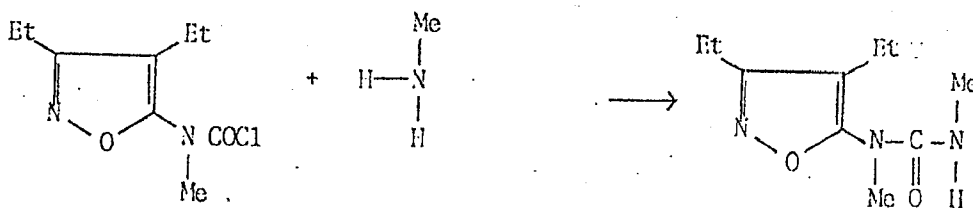


20

El 5-bromoisooxazol y la metilurea se calientan  
 juntos en una atmósfera de nitrógeno a 150°C durante 6 ho-  
 ras. El residuo se tritura con agua, dando la isooxazolil-  
 urea requerida.

#### Ejemplo 127

25

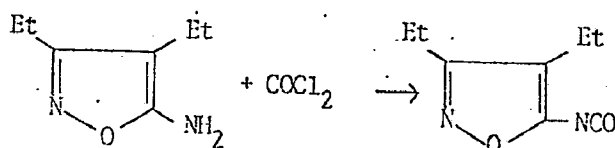


30

2118

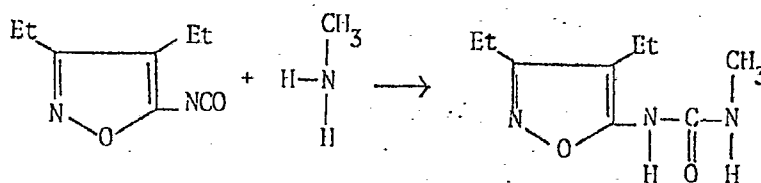
1 Se prepara el cloruro de isooxazolil-metil-carba-  
moilo por la reacción de isooxazolil-metil-amina en cloro-  
formo con fosgeno gaseoso a una temperatura de aproximada-  
mente 50°. Se añade el cloruro de carbamoilo a la tempera-  
5 tura ambiente a una solución de metilamina en tolueno. Se  
agita la mezcla a la temperatura ambiente durante 2 horas  
y luego a 50°C durante 4 horas. La evaporación de los reac-  
tivos en exceso y el tratamiento del residuo con agua dan  
la urea requerida.

10

Ejemplo 128

15

Se disuelve el 5-aminoisooxazol en tolueno, y se  
introduce cloruro de hidrógeno a la temperatura ambiente  
durante 30 minutos. Se agita la mezcla durante 1,5 horas,  
20 y luego se separa a vacío el exceso de cloruro de hidróge-  
no gaseoso. Se añade tolueno y se hace pasar fosgeno gaseo-  
so a través de la mezcla de reacción a 50-70°C durante 3-5  
horas. Se deja la mezcla en reposo durante una noche a la  
temperatura ambiente, y el producto requerido se aísla por  
25 separación de los reactivos en exceso a vacío.

Ejemplo 129

30

1 El 5-isocianatoisooxazol preparado en el Ejemplo  
128 se añade a la temperatura ambiente a una solución de  
metilamina en tolueno. La mezcla se agita a la temperatura  
ambiente durante 2 horas y luego 4 horas a 50°C. El trata-  
5 miento da la 5-isooxazolil-metil-urea requerida.

Ejemplo 130

Una solución de 3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-  
-4-carboxilato de etilo (5 g) en tetrahidrofurano (50 ml)  
10 se añade lentamente a una suspensión agitada de hidruro de  
sodio (0,56 g) (dispersión al 80% en aceite) en tetrahidro  
furano (100 ml). La suspensión resultante de sal de sodio  
se agita durante 30 minutos a la temperatura ambiente. Se  
añade con precaución yoduro de metilo (1,2 ml) y la mezcla  
15 se calienta después a reflujo durante 2 horas. Se evapora  
el disolvente y se trata el residuo con agua, dando 3-etil-  
-5-(3-butil-1-metilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo.

Ejemplo 131

20 Una solución de 3-etil-5-(3-butilureido)isooxazol-  
-4-carboxilato de etilo (5 g) en tetrahidrofurano (50 ml)  
se añade lentamente a una suspensión agitada de hidruro de  
sodio (0,56 g) (dispersión al 80% en aceite) en tetrahidro  
furano (100 ml). La suspensión resultante de sal de sodio  
25 se agita durante 30 minutos a la temperatura ambiente. Se  
añade con precaución anhídrido acético (1,7 ml) y la mezcla  
se calienta después a reflujo durante 2 horas. Se evapora  
el disolvente y el residuo se trata con agua, dando 3-etil-  
-5-(1-acetil-3-butilureido)isooxazol-4-carboxilato de eti-  
30 lo.

1                    Ejemplo 132

Una solución de 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo (5 g) en metanol (20 ml) se añade a una solución agitada de metóxido de sodio (1,2 g) en metanol (20 ml) y la mezcla se agita a la temperatura ambiente durante 1 hora. Se filtra el sólido y se lava con un poco de metanol frío dando la sal de sodio de 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato.

10                   Ejemplo 133

Una solución de la sal de sodio de 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo (5 g) en agua (50 ml) se acidifica a pH 1 con ácido clorhídrico concentrado. El sólido se separa por filtración y se lava bien con agua dando 3-etil-5-(3-isopropilureido)isooxazol-4-carboxilato de etilo.

Ejemplos 134-139

20                   Suspensiones acuosas que contenían 500, 125 ó 31 ppm (partes por millón) de los compuestos enumerados abajo junto con 125 ppm de condensado de nonilfenol/óxido de etileno como agente humectante se aplicaron al suelo vegetal que rodeaba las raíces (SS en la tabla siguiente) o a las hojas (P en la tabla siguiente) de plantas de trigo que tenían una sola hoja completamente desarrollada. Al cabo de 24 horas, las plantas tratadas se inocularon con una suspensión acuosa de esporas del organismo causante de la enfermedad de la roya parda de las hojas del trigo (Puccinia recondita). Las plantas se pusieron después en una atmósfera de humedad relativa 100% a 18°C durante 24 horas, y

1 se transfirieron luego a un cuarto de ambiente controlado  
 (temperatura 18°C, humedad relativa 80-90%) durante 12 días.  
 Después de ello se evaluó la incidencia de la enfermedad  
 fúngica por comparación con testigos pulverizados con una  
 5 solución del agente humectante exclusivamente. La evalua-  
 ción se realizó con arreglo a una escala de 0 a 8 en la que

	8	representa	> 94%	de represión de la enfermedad
	7	"	85-94%	" " "
10	6	"	75-84%	" " "
	5	"	65-74%	" " "
	4	"	55-64%	" " "
	3	"	45-54%	" " "
	2	"	35-44%	" " "
15	1	"	< 20%	" " "

Los resultados fueron los siguientes:

Compuesto del Ejemplo	Grado de Represión de la Roya			
	500 ppm	125 ppm	31 ppm	
20	13 SS	7	3	-
	36 SS	8	-	-
	29 SS	6	1	-
	24 P	-	3	-
25	SS	6	5	-
	41 P	-	3	-
	SS	8	8	-
	42 P	-	-	8

30

Ejemplo 140

2118

1                   Suspensiones acuosas que contenían 125 ppm del  
compuesto del Ejemplo 41 junto con 125 ppm de condensado  
de nonilfenol/óxido de etileno como agente humectante se  
5                   pulverizaron, hasta que las hojas estuvieron completamente  
mojadas, sobre plantas jóvenes de judías verdes (Phaseolus  
vulgaris) que tenían dos hojas completamente expandidas.  
Al cabo de 24 horas, las plantas tratadas se inocularon  
con una suspensión acuosa de esporas del organismo causan-  
te de la enfermedad roya de las judías (Uromyces phaseoli).  
10                   Las plantas se pusieron luego en una atmósfera saturada de  
agua durante 24 horas y luego se mantuvieron en un cuarto  
de ambiente controlado (temperatura 18º, humedad relativa  
80-90%) durante 14 días, después de lo cual se evaluó la  
incidencia de la enfermedad fúngica. Se encontró que el por-  
15                   centaje de represión de la enfermedad en comparación con  
plantas pulverizadas con una solución del agente humectan-  
te exclusivamente era 3 en la escala indicada en los Ejem-  
plos 134-139.

20                   Ejemplos 141-143

                  Suspensiones acuosas que contenían 500 partes  
por millón (ppm) de los compuestos enumerados a continua-  
ción y 125 ppm de condensado de nonilfenol/óxido de etile-  
no como agente humectante se aplicaron combinadamente como  
25                   pulverizaciones foliares e inundaciones del suelo a plan-  
tas jóvenes de patata que tenían 7 hojas completamente ex-  
pandidas. Al cabo de 24 horas, las plantas tratadas se ino-  
cularon con una suspensión acuosa de esporangios del orga-  
nismo causante de la enfermedad tizón de la patata (Phytoph-  
30                   thora infestans). Las plantas se pusieron después en una

1 atmósfera saturada de agua durante 24 horas y se mantuvie-  
ron luego en un cuarto de ambiente controlado (temperatura  
18°, humedad relativa 80-90%) durante 5 días, después de  
lo cual se evaluó la incidencia de la enfermedad fúngica.  
5 El porcentaje de represión de la enfermedad en comparación  
con plantas pulverizadas con una solución del agente humec-  
tante exclusivamente se tabula a continuación. La evalua-  
ción se realizó conforme a la escala indicada en los Ejem-  
plos 134-139.

10	Compuesto del Ejemplo	Grado de Represión del Tizón de la Patata
	17	6
	44	6
	14	4

15

Ejemplos 144-150

Se aplicaron soluciones o suspensiones acetónico-  
-acuosas que contenían 500, 125 ó 31 ppm de los compuestos  
indicados abajo junto con 125 ppm de un agente humectante  
20 a las hojas de plantas jóvenes de vid que tenían 5 hojas  
completamente expandidas. Las plantas tratadas, junto con  
testigos tratados con agente humectante solamente, se ino-  
cularon 24 horas después de la aplicación de los productos  
químicos con una suspensión acuosa de esporangios del or-  
25 ganismo causante de la enfermedad mildiu vellosa de la vid,  
Plasmopara viticola. Las plantas se pusieron después en  
una atmósfera saturada de agua hasta que se evaluó la inci-  
dencia de la enfermedad 12 días después en comparación con  
los testigos tratados con la solución de agente humectante  
30 exclusivamente. La evaluación se efectuó conforme a la es-

1 -cala indicada en los Ejemplos 134-139. Los resultados fueron los siguientes:

5	Compuesto del Ejemplo	Grado de Represión del Mildiu Velloso		
		500 ppm	125 ppm	31 ppm
	48	7	-	-
	17	-	6	-
	25	8	5	-
10	26	8	5	-
	41	8	7	4
	42	7	6	-
	24	4	-	-

15 Ejemplos 151-153

Suspensiones acuosas que contenían 500 ppm de los compuestos indicados a continuación junto con 125 ppm de condensado de nonilfenol/óxido de etileno como agente humectante se pulverizaron hasta que las hojas estuvieron completamente mojadas sobre plantas de arroz que tenían 2 hojas completamente expandidas. Al cabo de 24 horas, las plantas tratadas se inocularon con una suspensión acuosa de esporas del organismo causante de la enfermedad tizón del arroz (Pyricularia oryzae). Las plantas inoculadas se pusieron en una atmósfera de 80% de humedad relativa a 28°C durante 7 días. Se evaluó luego la incidencia de la enfermedad con arreglo a la escala indicada en los Ejemplos 134-139 en comparación con testigos pulverizados con el agente humectante exclusivamente. Los resultados fueron los siguientes:

	Compuesto del Ejemplo	Represión del Tizón del Arroz
1	41	7
	52	7
5	59	7

Ejemplos 154-156

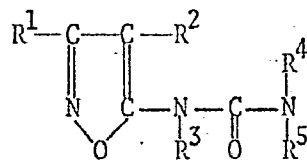
Soluciones o suspensiones acetónico-acuosas que contenían 125 ó 31 mg por litro de los compuestos enumerados abajo junto con 125 mg por litro de un agente humectante no iónico se pulverizaron sobre las hojas de plantas jóvenes de cebada (etapa de 3 hojas). Las plantas tratadas, junto con testigos tratados con agente humectante exclusivamente, se inocularon 24 horas después de la aplicación de los productos químicos con esporas del mildiu pulverulento de los cereales, Erysiphe graminis. Las plantas se pusieron después en un cuarto de ambiente controlado a 16°C y 60% de humedad relativa durante 10 días, pasados los cuales se evaluó el porcentaje de represión de la enfermedad. La evaluación se realizó conforme a la escala indicada en los Ejemplos 134-139 en comparación con los testigos tratados con el agente humectante solamente. Los resultados fueron los siguientes:

Compuesto del Ejemplo	Represión del Mildiu Pulverulento	
	125 ppm	31 ppm
17	7	-
26	6	-
42	-	8

## - REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

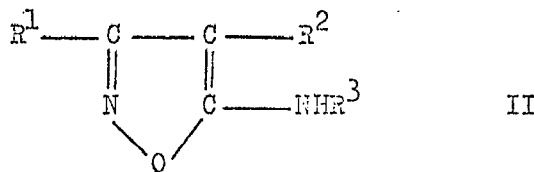
1ª.- Un procedimiento para preparar una 5-isoxazolil-urea de fórmula



I

o una sal del mismo, en la que  $R^1$  representa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo nitro, amino, amino sustituido, alcoholo, alcoholo sustituido, cicloalcoholo, arilo, arilo sustituido, aralcoholo, o aralcoholo sustituido, o un grupo de fórmula  $-XR^6$  ó  $-COOR^{15}$  en las que X representa oxígeno, azufre, sulfinilo o sulfonilo,  $R^6$  representa alcoholo o arilo, y  $R^{15}$  representa un átomo de hidrógeno o un grupo alcoholo, alcoholo sustituido, arilo, arilo sustituido, o cicloalcoholo;  $R^2$  representa ciano, nitro, carboxi, carboxiéster, carboxamido, carboxamido cuyo grupo amido está sustituido, o un grupo de fórmula  $-C(=O)-N$  en la que  $N$  representa un radical heterocíclico con un anillo de 5 a 7 miembros que opcionalmente puede estar sustituido;  $R^3$  representa hidrógeno, alcoholo o un grupo de fórmula  $-C(=O)-R^7$

1 en la que  $R^7$  representa alcoholilo, arilo, alcoxi o alcoholil-  
 5 tio;  $R^4$  representa hidrógeno, alcoholilo o cicloalcoholilo;  
 $R^5$  representa hidrógeno, alcoholilo, cicloalcoholilo, alcoxi,  
 arilo o arilo sustituido; o  $R^3$  y  $R^5$  representan juntos al-  
 cohileno, opcionalmente insaturado, opcionalmente interrup-  
 pido por uno o más átomos seleccionados de entre átomos de  
 nitrógeno, oxígeno y azufre y opcionalmente sustituido, pro-  
 cedimiento que se caracteriza por hacer reaccionar un 5-ami-  
 noisooxazol de fórmula



15 con un haluro de carbamilo de fórmula  $R^4 R^5 \overset{O}{\parallel} N C Z$ , un carbamato  
 de fórmula  $R^8 O - \overset{O}{\parallel} C - N R^4 R^5$ , donde  $R^8$  representa fenilo ó 2,4-di-  
 nitrofenilo, o un isocianato de fórmula  $R^5 N C O$  para producir  
 un compuesto en el que  $R^4$  representa hidrógeno.

20 2ª.- Un procedimiento para preparar una 5-isooxa-  
 zolil-urea.

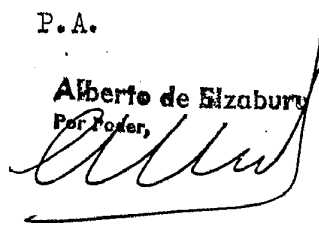
Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-  
 cede y con los fines que se han especificado.

25 Esta Memoria consta de SESENTA Y SEIS hojas escri-  
 tas a máquina por una sola cara.

Madrid, 25. ABR. 1979

P.A.

Alberto de Elizaburu  
 Por Poder,



30  
 19049  
 VAL

POOR  
 QUALITY