



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO 21 480617/4	10 A1
	22 FECHA DE PRESENTACION 16 mayo 1.979	

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 SHO 52-121285	8.10.1977	JAPON

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07D 213/90 // A01N 9/22	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA 474.029
------------------------	--	---

64 TITULO DE LA INVENCION

UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE N-(2-CLORO-4-PIRIDIL)-UREAS

71 SOLICITANTE (S)

1) Dr. KOICHI SHUDO  
2) DR. YO ISOGAI  
3) DR. TOSHIHIKO OKAMOTO 4) SUSUMU SATO

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 1) 2000-10-2-116 Kosugayacho Totsukaku, Yokohama JAPON  
2) 1-1-2-609 Kamiyoga, Setagaya, Tokyo- JAPON 3) 1-7-21; Shinoharaki-  
ta, Kohokuku, Yokohama-JAPON. 4) 20-7 Kamiyamacho Shibuya-ku, TOKYO, JAPON.

72 INVENTOR (ES)

Dr. Koichi Shudo, Dr. Toshihiko Okamoto, Dr. Yo. Isogai y Soshiro Takahashi japoneses.

73 TITULAR (ES)

El mismo solicitante.

74 REPRESENTANTE

DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

D.A.

1 El invento se refiere a un procedimiento para la preparación de nuevas N-(2-cloro-4-piridil)- ureas, así como a reguladores del crecimiento de los vegetales que las contienen en calidad de sustancia activa.

5 La regulación del crecimiento de los vegetales con las hormonas vegetales adquiere cada vez más importancia en el campo de la agricultura y de la jardinería. Como reguladores del crecimiento de los vegetales se conocen ya 6-bencil, quinetina y similares.

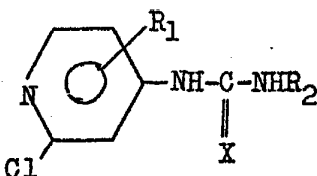
10 En la patente de la Gran Bretaña nº 1.122.662 se indica que algunos derivados de la urea pueden ser empleados como preservación de materiales vegetales. Se describe además en Proc. Soc. (Londres), tomo B-165 (pág. 245), 1.966, que las N-fenil-N-piridilureas no sustituidas tienen efecto en el desarrollo de un brote, mientras que tienen un efecto modrado como iniciadores de la segmentación de las células.

15 Se ha descubierto ahora que las 4-piridilureas en que existe un átomo de cloro en la posición segunda del anillo piridínico, están dotadas de una fuerte y amplia actividad en calidad de reguladores del crecimiento de los vegetales.

20 Por reguladores del crecimiento de los vegetales se entiende un agente que posee efectos fitobiológicos, cuando con una cantidad pequeña del agente no solo se puede fomentar o inhibir y respectivamente regular el crecimiento de los vegetales, sino también, si así se desea, obtener flores o frutos, conseguir frutas sin huesos, conservar la simiente en igual estado durante tiempo prolongado (o sea, impedir la extinción o respectivamente impedir el crecimiento), o dejar seguir creciendo a discreción.

25  
30 Las sustancias activas de acuerdo con el invento, que

1 actúan como reguladores del crecimiento de los vegetales,  
con las N-(2-cloro-4-piridil)-ureas de la fórmula general  
(I)



10 en la que R<sub>1</sub> significa un átomo de hidrógeno o un grupo  
alcoilo inferior; R<sub>2</sub> un grupo aromático sustituido por un  
grupo alcailo o alcoxi inferior, un grupo hidroxilo o un átomo  
de halógeno, y X un átomo de oxígeno o de azufre.

Las N-(2-cloro-4-piridil)-ureas se obtienen de  
acuerdo con el invento de manera fácil y con un buen rendi-  
miento, si para ello:

15 se hace reaccionar una 2-cloro-4-amino-piridina correspon-  
diente con un fenilisocianato o tioisocianato correspon-  
diente.

20 Para la puesta en práctica de la reacción, los com-  
ponentes de la misma son hechos reaccionar en una cantidad  
aproximadamente equimolar en un disolvente correspondiente,  
si bien el empleo de una cantidad algo excesiva de uno de  
los componentes de la reacción resulta ventajoso.

Como disolventes para la reacción pueden conside-  
rarse:

25 Benceno, toluol, xilol, acetona, metiletilcetona,  
dimetilformamida, dimetilacetamida, dimetilsulfóxido, clo-  
roformo,

30 La cantidad excesiva de anilina como componente de  
la reacción, actúa al mismo tiempo como un disolvente pro-  
vechoso. La reacción se lleva a cabo ventajosamente a una

1 temperatura de entre -5 y +150°C; ahora bien, la más favora-  
ble es la temperatura de reflujo del medio de la reacción.  
Una duración de la reacción de 0,5 a 5 horas es suficiente  
5 para conseguir un buen rendimiento. Para la obtención del  
derivado de la tiourea hay que elevar algo la temperatura  
más baja, a saber, en la gama de temperaturas comprendidas  
entre 20 y 150° C, puesto que la actividad reactiva del com-  
ponente de la reacción es algo más débil que en un derivado  
correspondiente de la urea.

10 Como compuestos típicos pueden ser considerados:

N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea, N-(2-cloro-4-pi-  
ridil)-N'-(2-clorofenil)-urea, N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-  
clorofenil)-urea, N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(4-clorofenil)  
urea, N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metilfenil)-urea, N-(2-  
15 cloro-4-piridil)-N'-(4-metilfenil)-urea, N-(2-cloro-4-piri-  
dil)-N'-(2-fluorfenil)-urea, N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-  
etoxifenil)-urea, N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea.

20 Las N-(2-cloro-4-piridil)-ureas de acuerdo con el in-  
vento ofrecen una fuerte y amplia actividad como regulado-  
res del crecimiento de los vegetales, especialmente en la  
viva actividad de la segmentación de células, diferenciación  
de las células, agrandamiento de las células, en la fecun-  
dación y respectivamente en la prevención de la supresión  
de fruto, mantenimiento de la flor, estímulo del crecimen-  
25 to, aceleración o respectivamente retardo del envejecimien-  
to.

30 No obstante resulta todavía otra posibilidad de apli-  
cación, ya que estos compuestos se pueden emplear en con-  
centraciones más altas, pudiendo así destruir clases espe-  
ciales de vegetales.

1                    Los efectos de los compuestos de acuerdo con el in-  
                    vento en una concentración baja de, por ejemplo, una décima  
                    parte, son iguales de fuertes que los de la 6-benciladenina  
                    y la quinetina, que hasta ahora se ha supuesto que fueran  
5                    las sustancias activas más fuertes para reguladores del cre-  
                    cimiento de los vegetales, y cien veces más fuertes, en com-  
                    paración con la 4-piridil-fenil-urea que tenga la misma es-  
                    tructura básica, pero que no lleva un átomo de cloro en la  
                    posición segunda del anillo piridílico.

10                   Resulta sorprendente que exclusivamente la presen-  
                    cia de un átomo de cloro o de un equivalente en la posición  
                    segunda del anillo piridílico traiga consigo este aumento  
                    del efecto.

15                   El particular asciende la concentración óptima, con  
                    la que se consigue un rendimiento máximo de callo en un test  
                    de proliferación del callo en la planta de tabaco, a 0,01  
                    ppm tratándose de 6-benciladeina, y a 0,1 ppm al tratarse  
                    de 4-piridil-fenil-urea, mientras que en los compuestos de  
                    acuerdo con el invento oscila entre 0,0005 y 0,001 ppm.

20                   Con respecto al efecto de estimulación de la segmen-  
                    tación de las células, la concentración óptima de la 6-ben-  
                    ciladenina es de 10 ppm, mientras que en los compuestos de  
                    acuerdo con el invento se observa con una concentración de  
                    1 ppm o inferior, una formación considerablemente mayor de  
25                   brotes.

                    Las N-(2-cloro-4-piridil)-ureas de acuerdo con el  
                    invento no solamente repercuten en un aumento considerable  
                    del peso del callo, sino también en el tejido de la médula  
                    y de la hoja, así como en plantas en crecimiento.

30                   Los reguladores del crecimiento de los vegetales

1 pueden ser aplicados a un gran número de vegetales distin-  
tos, pero con preferencia a leguminosas, solanáceas, umbeli-  
feras, gramíneas, cucurbitáceas y vitáceas, y por ejemplo  
5 para fomentar la fructificación de melones y sandías, para  
evitar la caída de la flor de la uva, para fomentar el cre-  
cimiento de las verduras y para agrandar las hojas de taba-  
co. Para su aplicación al tejido vegetal, las N-(2-cloro-4-  
piridil)-ureas pueden agregarse como tales al suelo nutriti-  
vo, mientras que al ser aplicadas en vegetales en crecimien-  
10 to, se pueden pulverizar sobre la superficie de las hojas,  
sobre el tronco o eventualmente sobre el suelo, en una de  
las formas usuales de aplicación, tales como, por ejemplo,  
disueltas en agua o en otros líquidos, en suspensión, emul-  
sión, en polvos o similares. Otras hormonas vegetales, por  
15 ejemplo, fertilizantes, diluyentes y similares, pueden agre-  
garse a las sustancias activas de acuerdo con el invento.

El compuesto se emplea en las cantidades indicadas  
a continuación:

20 En la pulverización directa sobre las plantas es  
usual la aplicación de 100 a 1000 litros por hectárea, en  
forma de solución con una concentración de 0,0001 a 10,000  
ppm, con preferencia de 0,01 a 10,000 ppm. En una aplicación  
en el suelo hay que emplear una cantidad 5 a 100 veces mayor  
que la indicada más arriba. No es necesario mencionar con  
25 más detalle que la cantidad a emplear oscila conforme a la  
clase de vegetal y a la finalidad de la aplicación, por  
ejemplo,

para aceleración del crecimiento y  
aumento de fructificación 0,01 - 1,000 ppm  
30 para la aceleración del crecimiento

- 1 del callo 0,0001 - 0,001 ppm  
para acelerar la madurez del fruto y  
la caída de la hoja 10 - 10,000 ppm  
para inhibir el crecimiento y exter-  
5 minar las malas hierbas 10 - más de 10,000 ppm

A continuación se describen concretamente ejemplos de la composición

Receta 1 POLVO HUMECTABLE PARA ASPERSION

- 10 1 % de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenil-urea  
2 % de éter polioxietilentalcohilarílico  
2 % de condensado de sodio-formalin  $\beta$ -naftalinsulfónico y  
95 % de arcilla  
se mezclan y se muelen. Al ser empleada la mezcla, se dilu-  
ye con agua.

15 Receta 2 EMULSION

- 1 % de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-clorofenil)-urea  
4,5 % de éter polioxietilentalcohilarílico  
0,5 % de alcohilarilsulfonato  
74 % de xilol  
20 y  
20 % de Isophoron  
se mezclan y se emulsionan en agua.

Receta 3 SOLUCION

- 25 1 % de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metilfenil)-urea  
5 % de polioxietilensolbitanmonoglicolato  
94 % de DMF

Receta 4 GRANULADO

- 30 5 partes de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(4-metilfenil)-urea  
15 partes de bentonita  
47,5 partes de talco

1 30 partes de arcilla  
2 partes de ligninsulfonato de sodio  
y  
0,5 partes de dodecilbencenosulfonato de sodio  
5 se mezclan entre sí y se muelen de manera uniforme. La mezcla así obtenida se mezcla con 25 partes de agua, se granula con ayuda de un extrusor-granulador, y el granulado así obtenido se tamiza después de seco.

Receta 5 POLVO HUMECTABLE PARA ASPERSION

10 5 % de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(4-clorofenil)-urea  
3 % de éter polioxietilentalcohilarílico  
3 % de condensado de sodio-formalina- $\beta$ -naftalinsulfónico  
89 % de arcilla

Receta 6 EMULSION

15 5 % de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(4-metilfenil)-urea  
4,5 % de éter polioxietilentalcohilarílico  
0,5 % de alcohilarilsulfonato  
70 % de xilol  
20 % de Isophoron

20 Receta 7 SOLUCION

100 ppm de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-clorofenil)-urea  
20 % de acetona  
80 % de agua.

25 El invento será explicado con más detalle a base de los ejemplos de obtención siguientes.

E J E M P L O 1

Obtención de N-(2-cloro-4-piridil)-N-fenil-urea

30 a) En 10 ml de acetona seca se disuelven 257 mg (2 milimoles) de 2-cloro-4-aminopiridina, se agregan 238 mg (2 milimoles) de fenilisocianato, y se agita durante 8 ho-

1 ras a temperatura ambiente. El disolvente se elimina por  
destilación a presión reducida. El residuo se cromatografía  
sobre alúmina, se eluye con cloroformo, se recoge la frac-  
5 ción eluida del producto final, y después se elimina el di-  
solvente a presión reducida. El residuo producido se recrís-  
taliza en acetona/éter, para obtener 364 mg de N-(2-cloro-  
4-piridil)-N'-fenil-urea:

Rendimiento: 73,5 % Punto de fusión: 183 a 184° C

Análisis elemental:

	C	H	N
10 Calculado:	58,19 %	4,07 %	16,96 %
Hallado:	58,27 %	4,15 %	16,93 %

b) Obtención de N-(2-cloro-4-piridil)-N-fenil-tiourea.

15 En 10 ml de acetona seca se disuelven 257 mg (2 mi-  
limoles) de 2-cloro-4-aminopiridina, se agregan 270 mg (2  
milimoles) de fenilisotiocianato, y se pone en ebullición  
a reflujo durante 30 horas. El disolvente se elimina por  
destilación a presión reducida. El residuo se disuelve en  
cloroformo, se cromatografía sobre gel de sílice y se eluye  
con cloroformo/acetona. Se recoge la fracción eluida del  
20 producto final y a continuación se elimina por destilación  
el disolvente. El residuo producido se recristaliza en aceto-  
na/hexano, para obtener 304 mg de N-(2-cloro-4-piridil)-  
N'-fenil-tiourea en forma de prisma incoloros:

Rendimiento: 57 % Punto de fusión: 141 a 142° C

25 Análisis elemental para  $C_{12}H_{10}ClN_3S$

	C	H	N
Calculado:	54,65	3,82	15,93

Encontrado:	55,00	3,81	16,18
-------------	-------	------	-------

30 Los compuestos siguientes se obtienen de la manera  
descrita más arriba:

	<u>Compuesto</u>	<u>Punto de fusión °C</u>
1	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-clorofenil)-urea	184
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-clorofenil)-urea	209, a 210,5
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(4-clorofenil)-urea	213 a 214
5	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metilfenil)-urea	192 a 192,5
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-metilfenil)-urea	98 - 101
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(4-metilfenil)-urea	196 - 198
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2,5-diclorofenil)-urea	215 - 216
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-fluorfenil)-urea	186 - 187
10	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-n-propilfenil)-urea	156 - 157
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-étoxifenil)-urea	96 - 99
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-feniltiourea	141 - 142

E J E M P L O 2

15 Proliferación de los callos de tabaco mediante el empleo de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea

20 El callo de tabaco se cultiva a una temperatura de aproximadamente 26° C durante 30 días en un suelo nutritivo Murashige-Shoog (Physiol Plant 15,473 (1962)), que contiene 0,0001 hasta 0,1 ppm de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea y 2 ppm de ácido indolacético en calidad de auxina. El peso bruto definitivo ha sido recopilado en la tabla 1. Como control se lleva a cabo el cultivo del callo de tabaco en las mismas condiciones, con suelo nutritivo Murashige-Skoog, pero que unicamente contiene una auxina. Además se muestra

25 en la tabla, para comparación, el peso bruto del callo empleando un suelo nutritivo, que contiene la concentración óptima de benciladenina. Los pesos mostrados en la tabla son en cada caso los valores medios de 6 muestras.

TABLA 1

1	Concentración de la sustancia activa (ppm)	Peso bruto (mg)
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea 0,0001	782
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea 0,001	4,991
5	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea 0,01	1,235
	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea 0,1	519
	Benciladenina 0,01	5,150
	Control	153

E J E M P L O 3

10 Proliferación de los callos del tabaco con N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-metilfenil)-urea.

Mediante el cultivo del callo del tabaco empleando la urea de más arriba y de la manera descrita en el ejemplo 2, se producen los resultados mostrados en la tabla 2.

TABLA 2

15	Concentración de la sustancia activa (ppm)	Peso bruto (mg)
	0,001	1,784
	0,01	6,760
	0,1	4,945
20	1	1,508
	Control	153

Resultados comparables se obtienen empleando N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-clorofenil)-urea.

E J E M P L O 4

25 Formación de brotes a partir del tejido medular con N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea

30 Varios cortes de la médula del tabaco se inoculan en un suelo nutritivo Murashige-Shoog, que contiene 0,01 a 10 ppm de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea, cultivándose durante 30 días a una temperatura de aproximadamente 26° C.

1 Seguidamente se recontaron los cortes de médula de los que se formaron brotes.

Como comparación se ensayó asimismo con benciladenina.

5 Los resultados han sido recopilados en la tabla 3.

TABLA 3

Formación de brotes a partir de cortes de médula

Concentración de la sustancia activa (ppm)	Formación de brotes. +)	
	Benciladenina	N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea
10	1/24	10/24
1	12/24	13/24
0,1	2/24	10/24
0,01	0/24	0/24

15

+ ) Número de brotes formados en los cortes medulares / número de cortes medulares inoculados.

De un corte medular se forman 1 a 6 brotes.

EJEMPLO 5

20

Formación de brotes a partir de callo con N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metilfenil)-urea

25

Unos cuantos callos de tabaco se inoculan en un suelo nutritivo Murashige-Skoog que contiene 0,01 a 10 ppm de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metilfenil)-urea, y se cultivan durante 30 días a temperatura ambiente. Se recuenta el número de brotes formados en los cortes de callo. Como comparación se ensaya asimismo benciladenina. Los resultados han sido recopilados en la tabla 4

TABLA 4

30

Formación de brotes a partir de callo de tabaco

1	Concentración de la sustancia activa (ppm)	Formación de brotes +)	
		Benciladenina	N-(2-cloro-4-piridil) N'-(2-metilfenil)-urea
5	10	12/12 <sup>a</sup>	10/12 <sup>a</sup>
	1	12/12 <sup>a</sup>	9/12 <sup>a</sup>
	0,1	2/12 <sup>b</sup>	1/12 <sup>b</sup>
	0,01	0,12	0/12

+ ) Número de los brotes formados en los callos / número de los callos inoculados

- 10 a) 50 a 70 brotes (tamaño de cada brote: 1 a 3 cm)  
 b) 1 a 10 brotes (tamaño de cada brote: 0,5 a 1 cm)

E J E M P L O 6

Formación de brotes a partir de callo con N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea

15 Se prepara el suelo nutritivo, que contiene 0,000 1 a 1 ppm de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenil-urea. El cultivo se lleva a cabo de la manera descrita en el ejemplo 5. Los resultados han sido recopilados en la tabla 5.

TABLA 5

20 Formación de brotes a partir de callo

25	Concentración de la sustancia activa (ppm)	Formación de brotes +)	
		Benciladenina	N-(2-cloro-4-piridil) N'-fenilurea
30	10	12/12 <sup>a</sup>	----
	1	12/12 <sup>b</sup>	12/12 <sup>a</sup>
	0,1	2/12 <sup>b</sup>	12/12 <sup>a</sup>
	0,01	0/12	12/12 <sup>b</sup>
	0,001	----	2/12 <sup>b</sup>
	0,0001	----	0,12

1 +) Número de brotes formados en el callo / número de callos inoculados.

- a) 50 a 70 brotes (tamaño de cada brote: 1 a 3 cm)
- b) 1 a 50 brotes (tamaño de cada brote: 1,5 a 1 cm)

E J E M P L O 7

5 Aumento de tamaño de una especie de colza con N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea

Se preparan sendas soluciones con 10 ppm, 1 ppm y 0,1 ppm respectivamente de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea. En sendas cubetas se vierten en cada caso 50 ml de cada solución y 10 cortes de hoja, que con ayuda de un taladracorchos se recortan con un diámetro de 10 mm, se colocan

- 1) con el dorso de la hoja sobre la solución, o
- 2) con la cara superior de la hoja sobre la solución.

15 Las soluciones se dejan reposar durante 8 días a temperatura ambiente, y después se determinan el diámetro y el peso de cada corte de hoja. Todos los valores son valores medios de 10 muestras de cortes de hojas. Como solución de comparación se emplea agua pura, procediéndose de manera análoga. Los resultados se resumen en la tabla 6.

20 TABLA 6

1)			2)		
Concen- tración (ppm)	Diámetro (mm)	Peso (mg)	Concen- tración (ppm)	Diámetro (mm)	Peso (mg)
10	13,7	30,5	10	13,2	26,8
1	13,5	32,1	1	14,2	31,1
0,1	14,2	33,3	0,1	3,9	28,1
Solución <sup>a</sup> comparat <sup>a</sup>	12,1	21,7	Solución <sup>a</sup> comparat <sup>a</sup>	11,9	21,0

E J E M P L O 8

30 Ensayo de fructificación aumentada de la sandía

1 Las sandías cultivadas al aire libre (especie: Yama-  
to) se someten a una fertilización artificial en la flora-  
ción. Después se aplican sobre los pezones concentraciones  
5 determinadas de las distintas soluciones indicadas en la  
tabla 7, o bien se rocían sobre ello. El resultado de la  
fructificación aumentada (en %) se calcula 2 semanas después  
de efectuado el tratamiento.

TABLA 7

Método de tratamiento	Agente	Concentra- ción (ppm)	Fructifica- ción (%)
Aplicación directa	N-(2-cloro-4-piridil)- N-fenilurea	1,000	100
	6-(N-bencil)-aminopuri- na solución al 3 %	1,000 10,000	65 100
	sin tratamiento	---	43
Pulveri- zación	N-(2-cloro-4-piridil)- fenilurea	1,000	90
		500	87
		100	82
	6-(N-bencil)-aminopuri- na solución al 3 %	10,000	83
	sin tratamiento	---	35

E J E M P L O 9

Refrenamiento del tamaño de la planta, engrandecimiento de  
la hoja, y conservación del verdor de las plantas de tabaco

25 Las semillas del tabaco (especie: bright yellow) se  
siembran en un tiesto de barro no vidriado de un diámetro  
de aproximadamente 13 cm, y se cultivan en un invernadero.  
Las superficies de las hojas de las plantas, que presentan  
de 6 a 8 hojas, se rocían de manera uniforme (15 ml/tiesto)  
30 con concentraciones determinadas de los compuestos indica-

1 dos en la tabla 8, con ayuda de un aparato pulverizador. Una sección del cultivo se trata una sola vez, la otra sección tres veces consecutivas, a saber, cada 13<sup>o</sup> día.

5 Cuando las hojas centrales se ponen amarillas (35 días después del primer tratamiento con el agente), se miden el tamaño de la planta, el peso bruto del peciolo y de las hojas y el tamaño medio de las 5 hojas inferiores, y se calcula la relación con respecto a las plantas no tratadas. La sección de ensayo se divide en tres partes, y los resultados han sido mostrados por término medio.

10 Estos resultados han sido recopilados en la tabla 8.

TABLA 8

Compuesto	Concen- tración (ppm)	Frecuencia de aplica- ción/rocia- do	Relación respecto a la sección sin tratar		
			Tamaño de la planta	Peso bruto	Tamaño de las hojas
N-(2-cloro-4- piridil)-N- fenilurea a base de polvo humectable pa- ra aspersión al 5 %	500	1	74	171	158
		3	42	169	145
	100	1	78	188	175
		3	72	206	185
	20	1	102	178	172
		3	98	160	152
6-(bencil)- aminopurina en solución al 3 %	500	1	99	151	118
		3	85	138	111
	100	1	98	118	141
		3	90	115	124
	20	1	106	109	120
		3	98	113	121
Sin tratamien- to		100 (74,6 cm)	100 (126.6g/ planta)	100 277,9 cm <sup>2</sup> por hoja	---

E J E M P L O 10

30 Ensayo para impedir la caída prematura de la flor de la vid y acelerar la fructificación

1 Plantas de uvas Delaware de ocho años, sin grano,  
cultivadas en una casa no caldeada y tratadas con Gibbere-  
llin, se ensayan con N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metilfenil)-  
urea respecto a impedir la caída prematura de las flores de  
5 las uvas. Una vez que un brote en la planta ha desarrollado  
8 a 8,5 hojas nuevas, es decir, 3 a 5 días antes de ser  
apropiado para el tratamiento con Gibberellin para convertir  
lo en sin grano, se impregnan los manojos de flores con una  
solución acuosa de 100 ppm Gibberellin y respectivamente  
10 200, 100, 50 ó 25 ppm de N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(2-metil-  
fenil)-urea o con 200 y respectivamente 100 ppm de 6-(-ben-  
cil)-aminopurina (BA) (14 de abril). El 4 de mayo (10 días  
después de la floración completa) se impregnaron todas las  
flores con otros 100 ppm de solución de Gibberellin, culti-  
15 vándose después por el método usual de cultivo hasta el tien-  
po de la recolección. El 29 de junio se cosecharon los ra-  
cimos, examinándose su peso, largo, número de uvas en un ra-  
cimo, así como diámetro, y peso del peciolo. Los resultados  
se comparan con los racimos tratados unicamente con Gibbere-  
20 llin. La sección de ensayo, consistente en cada caso en dos  
brotes, se divide en cada caso en 3 partes. Los resultados  
medios de 15 racimos han sido recopilados en la tabla 9.  
Las cifras entre paréntesis indican en cada caso la rela-  
ción con respecto a los racimos tratados unicamente con  
25 Gibberellin.

E J E M P L O 11

Efecto herbicida

30 En un tiesto de 30 cm de diámetro se vierte tierra  
que contiene raíces de "Alisma canaliculatum" y de "Scirpus  
juncoides" a partes iguales. En el tiesto se siembran 50

1 semillas de "Echinochloa erus-galli", "Cyperus difformis"  
 y "Monochoria vaginalis" plantándose a la vez en cada ties-  
 to 5 plantas de arroz ("Oriza sativa") en la fase de dos  
 5 hojas, y después se sumerge en agua, de modo que al agua  
 llegue hasta 3 cm por encima del borde del tiesto. Cuando  
 la "Echinocloa erus-galli" ha llegado a la primera fase de  
 hoja, se distribuye uniformemente sobre el agua una canti-  
 dad determinada del herbizida obtenido conforme a la rece-  
 ta 1. 14 días más tarde se analizan los efectos herbicidas.

10 Los resultados se indican de conformidad con la lis-  
 ta siguiente:

Indice:

- 15
- 5 : exterminio total de las malas hierbas
  - 4 : más del 80 %
  - 3 : más del 60 %
  - 2 : más del 40 %
  - 1 : más del 20 %
  - 0 : sin efecto alguno

20

Compuesto	Sustancia activa kg/ha	"Echino- chloa"	"Cype- rus"	"Mono- cho- ria"	"Scir- pus"	Alis- ma"	Arroz daña- do
N-(2-clo- ro-4-piri- dil)-N-fe- nil-urea	100	5	5	5	4	5	0
	50	4	5	4,5	3	4.5	0

E J E M P L O 12

Ensayo de desarrollo de la hoja y de brotes nuevos en la  
 "Datura sanguinea"

25 Plantas de "Datura sanguinea" (altura aproximada de  
 8 cm) fueron transplantadas al aire libre. Con un pulveriza-  
 dor se rociaron soluciones de la concentración química de -  
 seada, 15 ml por planta, sobre las hojas y el tallo de la  
 30 planta en el momento en que la altura media de las plantas  
 era de 20 cm. Tres semanas después se segaron las plantas,

1 midiéndose la altura de la planta, el peso total de las hojas y tallos frescos en los nuevos brotes. Los valores medios de 5 plantas han sido registrados en la tabla siguiente:

5

Compuesto	Concentración (ppm)	Altura (cm)	Peso total (g)	Brotes nuevos (g)
N-(2-cloro-4-piridil)-N'-fenilurea	20	80	450	80
" " "	100	75	500	100
BA	500	90	402	70
Control		103	348	40

10

E J E M P L O 13

Ensayo de desarrollo de la hoja y de brotes nuevos en la "Datura sanguinea"

15 Plantas de "Datura sanguinea" (altura media: 8 cm) fueron trasplantadas al aire libre, y los ensayos empleando N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-bromofenil)-urea se llevaron a cabo como en el ejemplo 11, obteniéndose los resultados mostrados en la tabla siguiente.

20

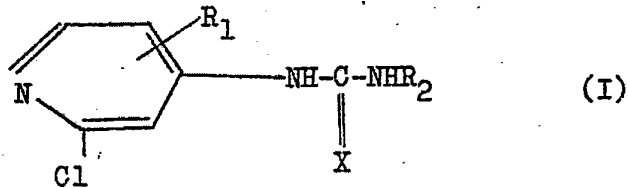
Compuesto	Concentración (ppm)	Altura (cm)	Peso total (g)	Brotes nuevos (g)
N-(2-cloro-4-piridil)-N'-(3-bromofenil) urea	60	81	450	78
" " "	300	74	490	98
BA	500	91	391	68
Control		102	352	41

25

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

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de N-(2-cloro-4-piridil)-ureas de la fórmula general (I)



en la que R<sub>1</sub> significa un átomo de hidrógeno o un grupo alcoilo inferior; R<sub>2</sub> un grupo aromático o aromático sustituido por un grupo alcoilo o alcoxi inferior, un grupo hidroxilo o un átomo de halógeno, y X un átomo de oxígeno o de azufre, así como a sus sales de adición de ácidos, caracterizado porque se hace reaccionar una correspondiente 2-cloro-4-amino-piridina con un correspondiente fenilisocianato o fenilisotiocianato.

2. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE N-(2-CLORO-4-PIRIDIL)-UREAS.

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

Madrid, 16 mayo 1.979

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30