

PATENTE DE INVENCION

Le A 7338-Spanien.

287862



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de oxatiazolinonas

Solicitante:

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk,
ALEMANIA.

La presente invención se refiere a nuevas oxatiazolinonas, con propiedades fuertemente insecticidas, fungicidas y especialmente influenciadoras del crecimiento de las plantas.

5.

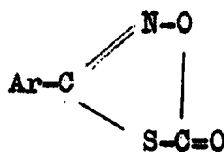
Los ácidos tiohidroxámicos, en que se basan

287862



las oxatiazolinonas según la presente invención, ya son conocidos. Sin embargo, estos no muestran o solo unas propiedades herbicidas muy débiles.

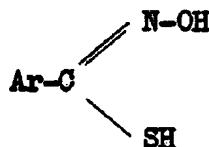
5. Se ha descubierto que las 4-arilo-1,3,5-oxatiazolinonas-(2) nuevas, de la fórmula



I

donde Ar está por restos de arilo, en caso dado sustituidos por alquilo, alcoxi, alquilomercapto, nitro y halógeno, muestran propiedades fuertemente insecticidas, fungicidas y especialmente herbicidas.

10. Asimismo se ha descubierto que se obtienen oxatiazolinonas de la fórmula II sin los ácidos tioxámicos aromáticos de la fórmula



II

donde Ar tiene el mismo significado como en la fórmula I. Se reaccionan con fosgeno.

15. Se ha de considerar como especialmente asombroso que las oxatiazolinonas según la presente invención, contrario a las ácidos tioxámicos antes mencionados, muestren propiedades biocidas fuertes, especialmente herbicidas.

20. Los ácidos tioxámicos, a emplear para el procedimiento según la presente invención, están clara-

287832



- mente detallados por la fórmula arriba indicada. Ar está aquí preferentemente por restos arílicos, tales como el fenílico y naftílico, que pueden estar sustituidos por alquilo, alcoxi, alquilomercapto, cada vez con 1 - 4
5. átomos de carbono, el grupo nitro así como halógeno, especialmente cloro y bromo.
- El procedimiento según la presente invención se realiza preferentemente en presencia de medios ligadores de ácido.
10. Como tales se han acreditado especialmente los alcalis acuosos así como los carbonatos de alcali y las aminas terciarias. Además es posible desarrollar la reacción según la presente invención en presencia de disolventes y diluyentes orgánicos inertes.
15. Los compuestos de la presente invención se caracterizan por sus buenas propiedades insecticidas y fungicidas. La importancia práctica especial de los productos de la presente invención consiste, sin embargo, en su efecto herbicida destacadamente fuerte que desarrollan sobre plantas vivientes. Esta propiedad, técnicamente de valor extraordinario, de las oxatiazolinonas, que se obtienen según el presente procedimiento, se desprende del informe de los ensayos que figura a continuación.
- 20.
25. A continuación se resumen en forma de tablas los resultados de los ensayos obtenidos al tratar distintas plantas después de la germinación de las mismas (post emergence).
- Los ensayos se efectuaron en la forma usual
30. según el procedimiento de post emergence. Los prepara-



287862

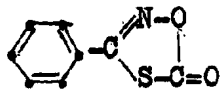
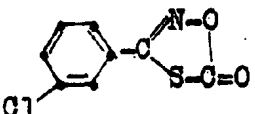
dos de la fórmula se obtienen recubriendo el material activo en aproximadamente 4 veces su cantidad de formamida dimetílica y diluyendo el concentrado obtenido, mediante adición de éter polioxietileno-bencílico como emulsionador con agua, a las concentraciones deseadas.

5.

Los preparados de la fórmula obtenidos se rociaron sobre las plantas de la clase indicada de 5 - 15 cm. de altitud. Después de 3 semanas se efectúa la evaluación en 6 grados de eficacia, teniendo 0 - 5 el significado indicado en las tablas

10.

Eficacia herbicida al aplicarse contra

Preparado	Concentración del material activo en %	Miño	Remolacha.	Avena	Algodón	Trigo	Mostaza	Tomates	Judías	Portulaca	Miere	Zuzón
			0,4 0,2 0,1	5 5 5	5 5 5		5 5 5	3-4 2 0		5 5 1	4 2 1	
	0,4 0,2 0,1	5 4-5 4	5 4-5 4-5	4-5 4 3-4	5 5 5	2-3 2 1-2	5 5 5	5 5 4-5	5 5 4	5 5 4	5 5 4-5	5 5 2

En la tabla de arriba tienen las distintas cifras el significado siguiente:

- 0 = ningún efecto
- 1 = ligeras manchas individuales de quemaduras
- 2 = claras quemaduras marginales
- 3 = graves daños

15.



4 = medias hojas destruidas **287852**
 5 = Planta muerta

Preparado	Concentra- ción del material activo en %	Maíz	Remola- cha	Avena	Algodón	Trigo	Mostaza	Tomates	Judías
	0,4	5	5	5	4-5	5	5	3-4-	4-5
	0,2	3	5	5	2	4-5	3	2	2
	0,1	3	5	4	1	4-5	2	2	2
	0,4	4	4	4	1	1	5	3	1
	0,4	4	5	4	5	3	5	4	5
	0,2	4	5	3	5	1	4-5	2	4-5
	0,1	4	5	2	2	0	4-5	0	3
	0,4	5	4	4	5	3	5	1	4
	0,2	5	4	3	2	1	5	0	3
	0,1	5	2	2	1	0	4	0	2

Para demostrar el efecto herbicida antes de brotar (pre émergence) se emplearon semillas de distintas plantas en tierra normal y 24 horas después se trató con una preparación de 4-(2,6-dicloro-fenilo)-1,3,5-oxatiazolinona-(2) en la concentración indicada. Des-

287862



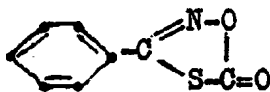
pués de un periodo de 3 semanas se evaluó el grado de daños o el grado de la germinación. Aquí tienen las cifras

0 - 5 el significado siguiente:

- 5. 0 = ningún efecto
- 1 = daños ligeros o retraso en el crecimiento
- 2 = daños claros o retricción del crecimiento
- 3 = daños graves o solo un 50 % de brotes
- 4 = Plantas destruídas parcialmente después de la germinación o solo brotadas en un 25 %
- 10. 5 = plantas totalmente destruídas o 100 % sin brotas

Concentración (kg/ha)	Mijo	Remolacha	Avena	Algodón	Trigo	Mostaza
10	5	5	5	5	5	5
5	5	5	5	5	5	5
2,5	5	5	5	4	4	5
1,25	2	5	5	3	4	4
0,625	0	5	5	0	1	4

Ejemplo 1



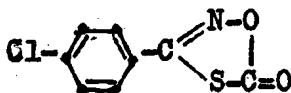
23 g de ácido benzo-tiohidroxámico se disuelven en una solución de 12 g de hidróxido sódico en 200 ml de agua. A continuación se introduce en esta mezcla, a 5 - 10°C

15. enfriando exteriormente y goteando simultaneamente



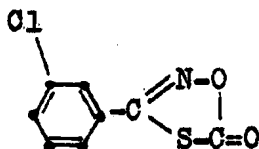
5. una solución de 8 g de hidróxido sódico en 50 ml de agua, durante tanto tiempo fosgeno hasta que la reacción reaccione casi neutro. Después se aspiran los cristales precipitados y se seca. El rendimiento es de 17 g de 4-fenilo-1,3,5-oxatiazolinona-(2) del P.F. 96-97°C. (de alcohol).

Ejemplo 2



10. Se disuelven 15 g de ácido 4-cloro-benzotrihidroxámico en una solución de 12 g de hidróxido sódico en 200 ml de agua y a 5 hasta 10°C se conducen, bajo enfriamiento desde el exterior y goteando simultáneamente una solución de 8 g de hidróxido sódico en 50 ml de agua, durante tanto tiempo fosgeno hasta que la mezcla reaccione prácticamente neutro. El producto de reacción precipitado se aspira, se lava con agua y se seca. Rendimiento: 15 g de 4-(4'-clorofenilo)-1,3,5-oxatiazolinona-(2), P.F. 135°C (Después de recristalizar de alcohol).

Ejemplo 3



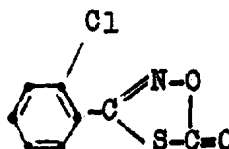
20. Reaccionando en la forma descrita en el ejemplo 2, 15 g de ácido 3-cloro-benceno-tiohidroxámico con fosgeno se obtienen 12 g de 4-(3'-clorofenilo)-1,3,5-oxatiazolinona.

287862



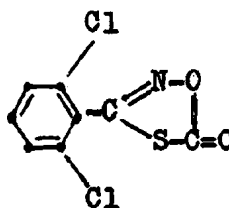
-(2) del P.F. 68°C (de alcohol).

Ejemplo 4



En forma análoga a como descrito en el ejemplo 2 se obtienen de 15 g de ácido 2-cloro-benzo-tiohidroxámico 10 g de 4-(2'-clorofenilo)-1,3,5-oxatiazolinona-(2) del P.F. 68°C (de ligroina).

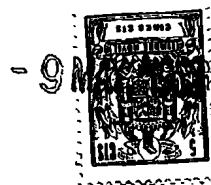
Ejemplo 5



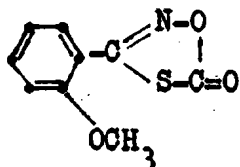
22,2 g de ácido 2,6-dicloro-benzo-tiohidroxámico se disuelven en 150 ml de benzol. A la solución se agregan 25,5 g de amina N,N-dimetilo-diclohexílica y entonces se conduce, enfriando exteriormente a 10 hasta 15°C un ligero exceso de fosgeno. Seguidamente se agita aún la mezcla de reacción durante media hora, el hidrocioruro amínico separado se aspira y se lava ulteriormente con benzol. Los filtrados reunidos se evaporan en vacío, el residuo se recrystaliza de poca ligroina y se obtienen 15 g de 4-(2',6'-diclorofenilo)-1,3,5-oxatiazolinona-(2) del P.F. 66°C.

Ejemplo 6

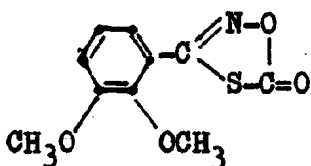
20. Trabajando análogamente al procedimiento del ejemplo 2 entonces se obtienen, de los materiales de



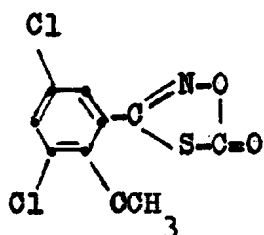
partida correspondientes, los compuestos siguientes:



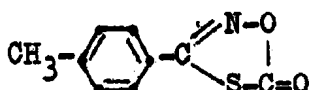
P.F. 138-140² (Bencina de lavado)



P.F. 143-145² (tetraclorocarbonylo-ligroina)



P.F. 128-130² (tetraclorocarbonylo)



P.F. 82- 84² (bencina de lavado)

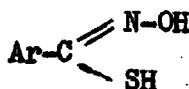
N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que el procedimiento anteriormente indicado es susceptible de modificaciones de detalle en cuanto no alteren sus principios fundamentales. También se hace constar que el invento corresponde a una prioridad de patente presentada en Alemania,
10. con fecha 9 de mayo de 1962, núm. F 36 748 IVd/12 p, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales, en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento



y por lo que se solicita Patente de invención en España por veinte años: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE OXATIAZOLINONAS"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para la obtención de oxatiazolinonas, caracterizado, porque los ácidos tiohidroxámicos aromáticos de fórmula general



10. donde Ar significa restos de arilo, en caso dado sustituidos por alquilo, alcoxi, alquilemercapto, nitro y halógeno, se hacen reaccionar con fosgeno, preferentemente en presencia de medios ligadores de ácido.

2ª.- Procedimiento para la obtención de oxatiazolinonas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, - 9 MAY. 1953

FARBENFABRIKEN BAYER

AKTIENGESELLSCHAFT,
S. GOMEZ ACEBO Y MODER
C. B.