



384551

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 26 427

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE <u>07</u>	<u>A 01</u>
SUBCLASE <u>D</u>	<u>N</u>

Memoria Descriptiva

sobre:

" PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE 2-(3-TERC-
BUTILCARBAMOILOXI-FENIL)-4-METIL-1,2,4-OXADIAZOLIDIN-
3,5-DIONA ".

- - - - -

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk,
Alemania.

- - - - -

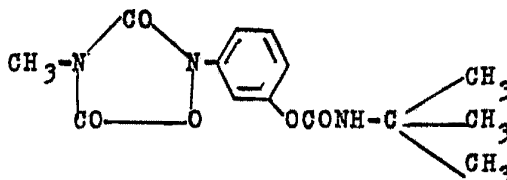
Ya se conoce el empleo de 2-(3-
dimetilcarbamoiloxi-fenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-
3,5-diona como herbicida (Patente belga 714.355, pa-
tente francesa 1.560.971). Su efecto, sin embargo,
5 no satisface ya que las plantas indeseadas no se des-



truyen suficientemente.

Se ha descubierto ahora un procedimiento para preparar 2-(3-ter.butilcarbamoiloxi-fenil)-4-metil, 1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona de fórmula:

5



tiene un buen efecto herbicida.

10

Las siguientes indicaciones explican la obtención del compuesto de la presente invención. Las partes mencionadas en los ejemplos son partes en peso.

Ejemplo 1 -

15

41,7 partes de 3-nitrofenol y 6,5 partes de cloruro amónico se suspenden, o bien se disuelven, en 75 partes de agua y 150 partes de etanol y a una temperatura de 70 a 80°C. se introducen en porciones, bajo buena agitación y en una atmósfera de nitrógeno, 52 partes de polvo de cinc. A continuación se filtra la mezcla y el residuo se lava con 150 partes de alcohol. El filtrado se mezcla en una atmósfera de nitrógeno, bajo buena agitación, a una temperatura de 20 a 40° C, con 45,5 partes de N-metil-N-cloroformilcarbamato de metilo. El precipitado obtenido se filtra por succión, se lava con alcohol diluido y se seca. Se obtienen 52 partes de 2-(3-hidroxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona; p.f. 175°C.

25

Ejemplo 2 -

30

20,8 partes de 2-(3-hidroxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona se suspenden en 50 partes de dioxano al que se han agregado 3 gotas de trietilamina,



y se mezcla con 9,9 partes de isocianato de terc.butilo. La mezcla se mantiene durante dos horas a una temperatura de 90° C, se enfría, se retira el disolvente en vacío y el residuo se recristaliza en isopropanol. Se obtienen 22 partes de 2-(3-terc.butilcarbamoiloxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona; p.f. 131° C.

Los herbicidas de la presente invención se pueden emplear como soluciones, emulsiones, suspensiones o agentes de espolvoreo. Las formas de aplicación dependen totalmente de las finalidades de empleo; en todos los casos deben garantizar una fina distribución de la sustancia activa.

Para la preparación de soluciones directamente pulverizables pueden emplearse como líquidos pulverizables los hidrocarburos con puntos de ebullición superiores a los 150° C, por ejemplo, el tetrahidronaftaleno o los naftalenos alquilados, o los líquidos orgánicos con puntos de ebullición superiores a los 150° C. y uno o varios grupos funcionales, por ejemplo, el grupo ceto, el grupo éter, el grupo éster o el grupo amida, estando situado este grupo, como sustituyente, en una cadena de hidrocarburo; o pudiendo ser componente de un anillo heterocíclico.

Las formas de aplicación acuosas se pueden preparar a partir de concentrados emulsionables, pastas o polvos humectables (polvos pulverizables) mediante adición de agua. Para la preparación de emulsiones se pueden homogeneizar las sustancias como tales o disueltas en un disolvente, mediante agentes de humectación o de dispersión, por ejemplo, productos de adición de ácido de polietileno, en agua o disolventes orgánicos. Pero también se pueden preparar con la sus-



tancia activa, agentes de emulsión y dispersión y eventualmente disolvente, concentrados que sean adecuados para ser diluidos con agua.

5 Los agentes de espolvoreo se pueden preparar mezclando o molturando conjuntamente la sustancia activa con un material de carga sólido, por ejemplo, tierra de infusorios, talco, arcilla o abonos.

10 Asimismo es posible agregar insecticidas, fungicidas, bactericidas y otros agentes herbicidas, así como la mezcla con abonos.

Los agentes de espolvoreo se pueden preparar mezclando o molturando conjuntamente la sustancia activa con un material de carga.

15 El ejemplo siguiente explica la aplicación del agente de la presente invención.

EJEMPLO 3 -

20 El terreno libre se trataron las plantas Zea mays, Triticum vulgare, Sinapis arvensis, Galium aparine, Pea annua, Alopecurus myosuroides, Echinochloa crus galli y Setaria glauca, con una altura de crecimiento de 3 a 18 cm., en cada caso, con 1 kg/ha de las sustancias siguientes:

- I 2-(3-terc.butilcarbamoiloxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona
- 25 II 2-(3-isopropilcarbamoiloxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona
- III 2-(3-dimetilcarbamoiloxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona

en cada caso dispersadas en 500 litros de agua por hectárea.

30 Después de 2 a 3 semanas se observó que



el compuesto I tenía, en comparación con los compuestos II y III, un efecto herbicida más fuerte. El resultado se apreciaba en la tabla dada a continuación.

	Sustancia activa		
	I	II	III
5			
	<u>Plantas útiles</u>		
	Zea mays	5	5
	Triticum vulgare	5	0
10	<u>Plantas indeseadas</u>		
	Sinapis arvensis	100	95
	Galium aparine	95	80
	Poa annua	95	85
	Alopecurus myosuroides	95	90
15	Echinochloa crus-galli	100	80
	Setaria glauca	95	80

0 = ningún daño

100= destrucción total

Ejemplo 4 -

20 Se mezclan 70 partes en peso del compuesto I con 30 partes en peso de N-metil- α - pirrolidona y se obtiene una solución que es adecuada para su aplicación en forma de gotas minúsculas.

EJEMPLO 5-

25 20 partes en peso del compuesto I se disuelven en una mezcla que se compone de 80 partes en peso de xileno, 10 partes en peso del producto de adición de 8 a 10 moles de óxido de etileno con 1 mol de N-monoetanolamida de ácido oleico, 5 partes en peso de dodecibenceno-sulfonato cálcico y 5 partes en peso del producto de adición de 40

384551



moles de óxido de etileno con 1 mol de aceite de ricino. Vertiendo y distribuyendo finamente la solución en 100.000 partes en peso de agua se obtiene una dispersión acuosa que contiene un 0,02 % en peso de sustancia activa.

5 Ejemplo 6 -

20 partes en peso del compuesto I se disuelven en una mezcla que se compone de 40 partes en peso de ciclohexanona, 30 partes en peso de isobutanol, 20 partes en peso del producto de adición de 7 moles de óxido de etileno con 1 mol de isooctilfenol y 10 partes en peso del producto de adición de 40 moles de óxido de etileno con 1 mol de aceite de ricino. Vertiendo y distribuyendo finamente la solución en 100.000 partes en peso de agua se obtiene una dispersión acuosa que contiene un 0,02 % en peso de sustancia activa.

15 Ejemplo 7 -

20 partes en peso del compuesto I se disuelven en una mezcla que se compone de 25 partes en peso de ciclohexanol, 65 partes en peso de una fracción de aceite mineral cuyo punto de ebullición está comprendido entre 210 y 280° C. y 10 partes en peso del producto de adición de 40 moles de óxido de etileno con 1 mol de aceite de ricino. Vertiendo y distribuyendo finamente la solución en 100.000 partes en peso de agua se obtiene una dispersión acuosa que contiene un 0,02 % en peso de sustancia activa.

25 Ejemplo 8 -

20 partes en peso de la sustancia activa I se mezclan íntimamente con 3 partes en peso de diisobutilnaftalín- α - sulfonato sódico, 17 partes en peso de ligninsulfonato sódico de una lejía sulfítica y 60 partes en pe-

30



so de gel de ácido silícico pulverulento y se moltura en un molino de martillos. Destribuyendo finamente la mezcla en 20.000 partes en peso de agua se obtiene un caldeo pulverizable que contiene un 0,1 % en peso de sustancia activa.

5 Ejemplo 9 -

3 partes en peso del compuesto I se mezclan íntimamente con 97 partes en peso de caolín de partículas finas. Se obtiene de esta manera un agente de espolvoreo que contiene un 3 % en peso de sustancia activa.

10 Ejemplo 10 -

30 partes en peso del compuesto I se mezclan íntimamente con una mezcla de 92 partes en peso de gel de ácido silícico pulverulento y 8 partes en peso de aceite de parafina que se pulverizó sobre la superficie de este gel del ácido silícico. Se obtiene de esta manera un preparado de la sustancia activa con buena adhesión.

15

N O T A .-

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente, presentada en Alemana, con fecha 15 de octubre de 1.969, bajo el número P 19 51 880.0; acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: Procedimiento para la obtención de 2-(3-terc-butylcarbamoiloxi-fenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona;

20

25

30

McE

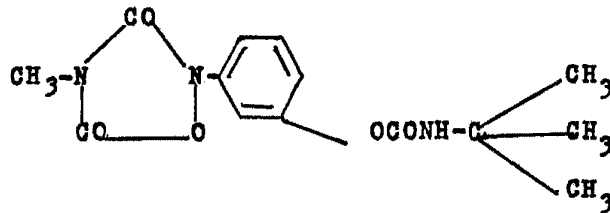


-8- 384551

caracterizándose por lo siguiente:

1.º.- Procedimiento para la obtención de 2-(3-terc-butilcarbamoiloxi-fenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona, de fórmula

5



10

caracterizado porque comprende suspender en un disolvente inerte, 2-(3-hidroxifenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona; añadir a la suspensión una pequeña cantidad de una amina terciaria; hacer reaccionar con isocianato de terc-butilo, a una temperatura de 80 a 100°C; y retirar el disolvente inerte.

15

2.º.- Procedimiento para la obtención de 2-(3-terc-butilcarbamoiloxi-fenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-diona; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20

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

15 SET. 1973

Madrid,

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
ANTIENGESELLSCHAFT.

L. GONZALEZ AGUIRRE Y CAJAL
F. Firmado: L. González