

386567



PATENTE DE INVENCION

Case 130-3209

3700/RA/HW.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. G.
CLASE <u>C.07</u> <i>H. B. L.</i>
SUBCLASE <u>D</u> <i>1/2 N</i>

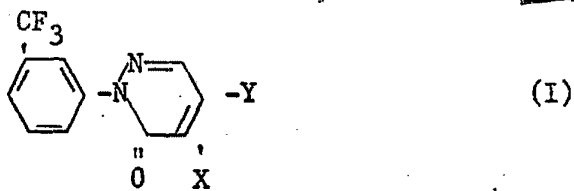
Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DE
PIRIDAZONA.

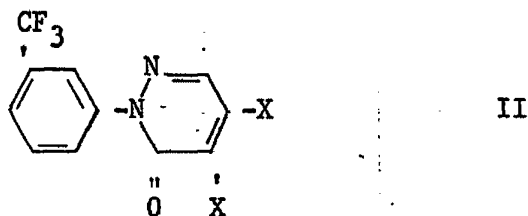
Solicitante: SANDOZ A.G., entidad suiza, residente en Basilea,
Suiza.

La presente invención se relaciona con un
procedimiento para la obtención de derivados de piri-
dazona de fórmula I,



5. en la que Y significa -NHOH , -NHOR_2 o $\text{-N} \begin{matrix} \text{R}_1 \\ \text{OH} \end{matrix}$, en donde R_1 y R_2 significan, independientemente, alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono y X significa halógeno, caracterizado porque se hace reaccionar, en presencia de una base, un compuesto de fórmula II

10.



15. en la que X tiene el significado anteriormente indicado con un compuesto de fórmula III,



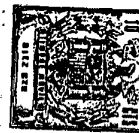
20. en la que R'_1 y R'_2 significan, independientemente, hidrógeno o alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, con la condición de que cuando R'_1 es alquilo, R'_2 sea hidrógeno.

25.

La obtención de los compuestos de fórmula I, se caracteriza porque se hace reaccionar un compuesto de fórmula II con un compuesto de fórmula III disueltos en un disolvente inerte, por ejemplo acetonitrilo, dimetilformamida o agua, en presencia de una base, por ejemplo trietilamina o carbonato de sodio, a una temperatura entre 80° y 150° C, durante 2 a 48 horas.

30.

Los materiales iniciales requeridos para la



producción de los compuestos de fórmula I, son conocidos o pueden prepararse mediante métodos conocidos.

Los compuestos de fórmula I, producidos de acuerdo con la invención, poseen propiedades herbicidas.

5. Los compuestos son particularmente eficaces contra *Plantago lanceolata*, *Capsella bursa pastoris*, *Echinochloa crus-galli*, *Stellaria media*, *Senecio vulgaris*, y también contra hierbas indeseadas tales como *Alopecurus pratensis*.

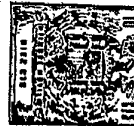
10. Los compuestos de fórmula I poseen además propiedades herbicidas selectivas en el algodón y las zanahorias, de modo que el algodón y las zanahorias no quedan perjudicadas por el empleo de los compuestos de fórmula I en dosificaciones suficientes para destruir las malas hierbas.

15. Se usan convenientemente los compuestos de fórmula I en mezcla con soportes y diluyentes usuales. El agente activo puede aplicarse a la tierra o a las plantas mediante ayuda de un equipo de aplicación usual. Los agentes activos pueden aplicarse al lugar antes o después de la emergencia de las malas hierbas. El agente activo puede prepararse en forma de suspensiones, emulsiones, pastas y granulados, y luego disolverse en la concentración deseada antes de su uso.

20. Las formulaciones se preparan de acuerdo con métodos conocidos, mezclando íntimamente y luego moliendo los compuestos de fórmula I con materiales de soporte apropiados, facultativamente con adición de agentes de dispersión o disolventes que sean inertes frente a los agentes activos.

25.

30.



5. Para producir composiciones que pueden usarse en formas sólidas, tales como agentes para pulverizar o espolvorear o granulados, etc., los agentes activos se mezclan con soportes sólidos. Como soportes pueden usarse, por ejemplo, caolín, talco, tiza, piedra pómez, polvo de celulosa, etc. A las mezclas se les pueden añadir adhesivos y sustancias de humectación para mejorar las propiedades de adhesión y humectación.

10. Los agentes de pulverizar pueden obtenerse mezclando y moliendo los agentes activos junto con materiales de soporte polvorientos hasta obtener una mezcla homogénea. Como soportes pueden usarse las mismas sustancias anteriormente mencionadas para la preparación de las formas sólidas.

15. Para producir soluciones, el agente activo o varios agentes activos de fórmula I se disuelven en disolventes o mezclas de disolventes orgánicos apropiados. Como disolventes apropiados pueden usarse, por ejemplo, cetonas, tales como acetona, alcoholes, hidrocarburos, nftalenos alquílicos, empleándolos solos o en mezclas.

20. Para fines especiales, los nuevos compuestos de fórmula I también pueden combinarse con herbicidas apropiados conocidos, o pueden usarse en forma de una mezcla con dichos herbicidas.

25. Las formulaciones de agente activo pueden, por ejemplo, contener entre 2 y 90 %, preferentemente 2 a 80 % en peso de agente activo. Las formas de aplicación contienen, por ejemplo de 0,01 a 10 % en peso del agente activo.

30. Los compuestos de fórmula I pueden usarse en una dosis de 1 a 10 kg por hectárea, dependiendo del com-



puesto de fórmula I usado y del efecto herbicida que se desee.

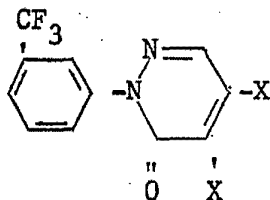
Los Ejemplos siguientes ilustran las formas de aplicación de los compuestos de fórmula I sin limitar el alcance de la invención.

5.

Ejemplo 1

1-(m-trifluorometilfenil)-4-(N-metil-N-hidroxi)-amino-5-cloropiridazona(6)

10.



15.

Se añaden 6,7 g. de N-metilhidroxilamina a una solución de 15,5 g. de 1-(m-trifluorometilfenil)-4,5-dicloropiridazona-(6) y en 200 g. de isopropanol. La mezcla de reacción se agita durante una noche a temperatura ambiente y a continuación se concentra bajo vacío. El aceite resultante se disuelve en cloroformo y se lava con agua. La capa de cloroformo se concentra bajo vacío y el producto resultante se cristaliza en benceno para dar 1-(m-trifluorometilfenil)-4-(N-metil-N-hidroxi)-amino-5-cloropiridazona-(6). (P.F. 114-115° C.).

20.

25.

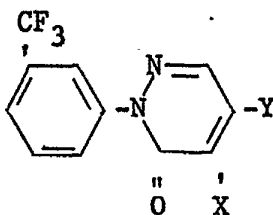
Siguiendo el procedimiento arriba detallado, pero utilizando una cantidad equivalente de hidroxilamina o metoxiamina en vez de la N-metilhidroxilamina utilizada, se obtiene 1-(m-trifluorometilfenil)-4-hidroxilamino-5-cloropiridazona-(6) ó 1-(m-trifluorometilfenil)-4-metoxiamino-5-cloropiridazona-(6), respectivamente.

30.

Ejemplo 2



Producción de 1-(m-trifluorometilfenil)-4-(N-metil-N-metoxi)-amino-5-cloro-piridazona-(6)



10. Se disuelve la 1-(m-trifluorometilfenil)-4-(N-metil-N-hidroxi)-amino-5-cloro-piridazona-(6) en 50 cc de acetona. Después de añadir 13 g. (0,11 moles) de sulfato de dimetilo y 10 g. (0,10 moles) de trietilamina, la mezcla de reacción se agita a temperatura ambiente durante 6 horas. Después de precipitarse con agua, el precipitado se filtra y recristaliza en alcohol y se obtienen cristales blancos con un p.f. de 109 a 111°.

15.

20. Cuando el proceso arriba detallado se efectúa con una cantidad equivalente de 1-(m-trifluorometilfenil)-4-hidroxilamino-5-cloro-piridazona-(6), ó 1-(m-trifluorometilfenil)-4-metoxiamino-5-cloro-piridazona-(6), en vez de la 1-(m-trifluorometilfenil)-4-(N-metil-N-hidroxi)-amino-5-cloro-piridazona-(6) utilizada anteriormente, se obtiene el producto de título igualmente.

N O T A

25. 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

30. de Patente, presentada en Suiza, con fecha 19 de diciembre

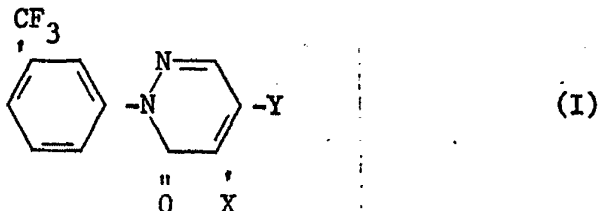


de 1969, bajo el número 18917/69; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invencción por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DE PIRIDAZONA; caracterizándose por lo siguiente:

5.

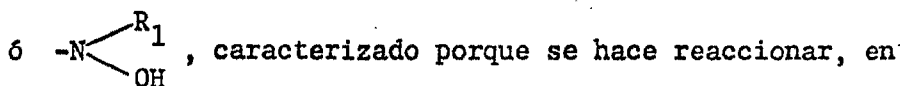
1.- Procedimiento para la obtención de derivados de piridazona, de fórmula I

10.



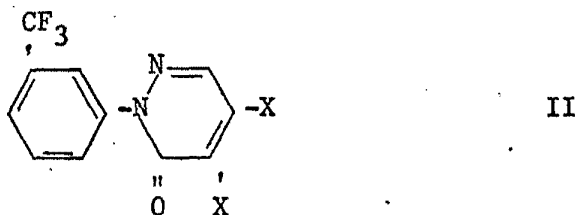
15.

en la que X significa halógeno e Y significa -NHOH, -NHOR₂



presencia de una base, un compuesto de fórmula II

20.



25.

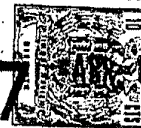
en la que X se define como precedentemente, con un compuesto de fórmula III



en la que R'₁ y R'₂ significan, independientemente, alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, con la condición de que cuando R'₁ es alquilo, R'₂ sea hidrógeno.

30.

ME



2.- Procedimiento para la obtención de derivados de piridazona, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

30 ABR. 1973

Madrid,

SANDOZ A.G.

J. GOMEZ ACEBO Y MODER
P. p. Firmador L. Gascó Fernández

A handwritten signature in cursive script, appearing to read "J. Gomez Acebo y Moder".

Handwritten initials "mce" in cursive script.