

387718

387718

P.- 46.626

Nº 1376 E

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>607</u>
SUBCLASE <u>D</u>

A 01
N



28 ENF

387718

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ROUSSEL-UCLAF, sociedad anónima francesa,
 establecida en 35 bd. des Invalides, París, Francia
 por: "UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA (TETRAHI-
 DROPIRANIL-2')-3-HEXAHIDRO-1,2,3,4,6,7-5H-CICLOPENTA-
 PIRIMIDINA-DIONA-2,4".

(Clase Internacional 007d)

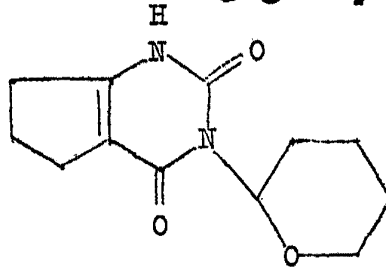
=====

El presente invento tiene como objeto un
 nuevo procedimiento de preparación de un derivado susti-
 tuído de la ciclopentapirimidina.

De modo más preciso, el invento tiene co-
 5 mo objeto un nuevo procedimiento de preparación de la
 (tetrahidropiraniil-2')-3 hexahidro-1,2,3,4,6,7 5H-ciclo-
 pentapirimidina-diona-2,4, de fórmula I

21.12.70.

387718



5

(I)

10

Este compuesto I, está dotado de notables propiedades pesticidas, especialmente herbicidas, que lo hacen utilizable en agricultura para luchar contra los organismos perjudiciales y especialmente contra las malas hierbas.

15

Dicho compuesto ya ha sido preparado según el procedimiento descrito en la patente francesa número 2.029.250, procedimiento que consiste esencialmente en condensar, en presencia de un generador de protones, la etoxicarbonil-2-ciclopentanona con la N-(tetrahidropiranyl-2)-urea, y después en ciclisar, en medio básico, la N-(tetrahidropiranyl-2)-N'-(etoxicarbonil-2')-ciclopentenil-1'-urea resultante.

20

Este procedimiento no permitía obtener el compuesto I más que con un rendimiento bastante pequeño. Ahora bien, el procedimiento objeto del presente invento, es más simple que el procedimiento antedicho y, además, conduce al compuesto I con un rendimiento global bien superior.

25

El procedimiento objeto del invento, está caracterizado esencialmente porque se hace reaccionar un alcoholoxycarbonil-1-amino-2-ciclopenteno-1 en que el término "alcoholo" representa un radical alcoholo que comprende de 1 a 6 átomos de carbono, con isocianato de tetrahidropiranylo-2 en presencia de una base tercia

30

21.12.70.



ria, y después se trata el producto resultante con una base fuerte.

La base terciaria en presencia de la cual se efectúa la condensación del alcoholoxicarbonil-1-amino-
5 -2-ciclopenteno-1 con el isocianato de tetrahidropirani-
lo-2, es especialmente trietilamina, tripropilamina, piri-
dina o metiletilpiridina, y se trabaja en el seno de un
disolvente orgánico tal como tolueno o xileno.

La base fuerte utilizada para el tratamien-
10 to subsiguiente es especialmente una base alcalina o alcali-
lino-térrea, tal como sosa o potasa, un alcoholato alcali-
no tal como el metilato, el etilato o el ter-butilato de
sodio o de potasio, o un amiduro alcalino.

La primera fase del procedimiento del in-
15 vento responde muy probablemente a la formación de la
N-(tetrahidropirani-2)-N'-(alcoholoxicarbonil-2')-ciclo-
pentenil-1'-urea, y la segunda fase a la ciclización in-
tramolecular de este compuesto para formar el producto I.
No aparece como necesario aislar y purificar el compuesto
20 formado como intermedio; éste puede ser tratado "in situ"
con una base fuerte y de este modo dar acceso al producto
deseado.

Igualmente, según una variante del proce-
dimiento del invento, se pueden realizar las dos fases
25 del procedimiento no utilizando más que un único reactivo
básico. Esta variante está caracterizada esencialmente
porque se hace reaccionar un alcoholoxicarbonil-1-amino-
2-ciclopenteno-1 con isocianato de tetrahidropirani-2
en presencia de una base fuerte en medio anhidro, conser-
vando aquí el término "alcoholo" el significado antedi-
30
21.12.70.

387718

28



cho.

En calidad de base fuerte, se puede utilizar especialmente un agente alcalino tal como un alcoholato o amiduro alcalino. Así es como se hace reaccionar etoxycarbonil-1-amino-2-ciclopenteno-1 con isocianato de tetrahidropirani-2 en presencia de ter-butolato de potasio, en el seno de tolueno.

Los alcoholoxycarbonil-1-amino-2-ciclopenteno-1 se pueden obtener aplicando el procedimiento descrito por V. Prelog, y S. Szpilfogel [Helv. 28 (1945), 1684]. Así ocurre por ejemplo con el carboetoxi-1-amino-2-ciclopenteno-1.

El ejemplo siguiente ilustra el invento sin conferirle, no obstante, ningún carácter limitativo.

Ejemplo: (tetrahidropirani-2)-3-hexahidro-1,2,3,4,6,7-5H-ciclopentapiridin-diona-2,4.

1º). En 100 cm³ de tolueno se disuelven 7,7 g de etoxycarbonil-1-amino-2-ciclopenteno-1, se añaden 7 cm³ de trietilamina, y después 7,5 g de isocianato de tetrahidropirani-2 [descrito por Hoover- J. Org. Chem. 28(1963) 2082], se calienta a reflujo la mezcla de reacción, se mantiene en éste durante 10 horas, se enfría a 60°C, se mantiene la mezcla de reacción a esta temperatura durante 60 horas, se enfría y se obtiene una solución de N-(tetrahidropirani-2)-N'-(etoxycarbonil-2')-ciclopentenil-1'-urea.

2º). En la solución precedente, se introducen 100 cm³ de etanol y 10 g de nitrato de sodio, se calienta a reflujo la mezcla de reacción, se mantiene en éste durante 30 minutos, se enfría, se vierte en agua, se

30
21.12.70.

387718



separa por decantación la fase orgánica, se extrae la fase acuosa con éter etílico, se eliminan las fases orgánicas, se lleva la fase acuosa a pH 7 por adición de una solución acuosa concentrada de ácido clorhídrico, se extrae la fase acuosa neutralizada con cloroformo, se concentra la solución clorofórmica hasta sequedad por destilación bajo presión reducida, se purifica el residuo por empastado en éter isopropílico y se obtienen 7,75 g de (tetrahidropirani-2')-3-hexahidro-1,2,3,4,6,7-5H-ciclopenta-piridinidina-diona-2,4; p. de f.: 269°C.

Este compuesto es idéntico al producto descrito en la patente francesa número 2.029.250.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 4 de Febrero de 1970, bajo el número 70-03911, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

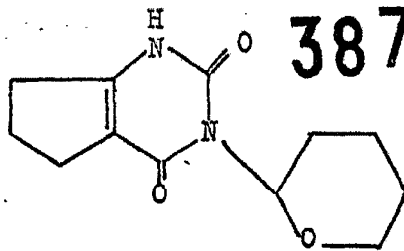
REIVINDICACIONES

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 siguientes:

1.- Un procedimiento de preparación de la (tetrahidropirani-2')-3-hexahidro-1,2,3,4,6,7-5H-ciclopentapiridinidina-diona-2,4 de fórmula

21.12.70.

Prof.



387718

28 FEB 1971



caracterizada porque se hace reaccionar un alcoholoxi-carbonil-1-amino-2-ciclopenteno-1 con isocianato de tetrahidropirani-2 en presencia de una base terciaria, y después se trata el producto resultante con una base fuerte.

5

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar un alcoholoxi-carbonil-1-amino-2-ciclopenteno-1 con isocianato de tetrahidropirani-2 en presencia de una base fuerte en medio anhidro.

10

3.- Un procedimiento de preparación de la (tetrahidropirani-2')-3-hexahidro-1,2,3,4,6,7-5H-ciclopentapirimidina-diona-2,4.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

15

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

Madrid;

28 FEB 1971

P.A.

Arte