

389372

389372

MINISTERIO DE INFORMACION

Le A 12 809-S7.

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE 07	A 01
SUBCLASE D	N

Memoria Descriptiva



sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES
HERBICIDAS.-

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

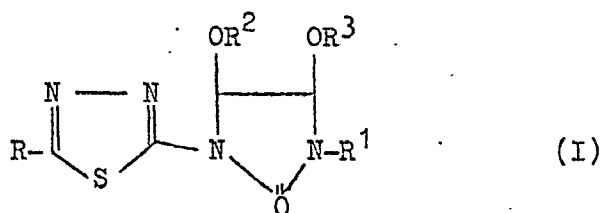
La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar composiciones herbicidas a base de nuevos derivados de 1-(1,5,4-tiadiazol-2-il)-imidazolidinona-(2).

Ya es sabido que las tiazolil-úreas, por ejem



5. plo, 1-(4-metil-1,3-tiazol-2-il)-3-metil-úrea, se pueden emplear como herbicidas (vease la patente belga 679.138). La potencia herbicida de estas úreas ya conocidas es, sin embargo, relativamente reducida y bajo las condiciones de la práctica no siempre satisfactoria.

Se ha descubierto ahora que los nuevos derivados de 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-imidazolidinona-(2) de fórmula



10. en la que R significa hidrógeno, alquilo, haloalquilo, cicloalquilo, alcoxi, alcoxialquilo, halocicloalquilo, alcoxialquiltio, arilo, en caso dado sustituido, alquenilo, alquinilo, alquiltio, aralquiltio, en caso dado sustituido, alqueniltio, alquiniltio, alquilsulfoxilo, alquilsulfonilo, alquenilsulfoxilo, alquenilsulfonilo, alquinilsulfóxido, alquinilsulfonilo, aralquilsulfoxilo y aralquilsulfonilo y R¹ significa alquilo inferior, alquenilo y alquinilo, R² significa un resto acilo de fórmula R₄-CO, donde R₄ significa alquilo inferior, haloalquilo, arilo, en caso dado sustituido, alcoxi inferior y el resto

15. do, alquinilsulfonilo, aralquilsulfoxilo y aralquilsulfonilo y R¹ significa alquilo inferior, alquenilo y alquinilo, R² significa un resto acilo de fórmula R₄-CO, donde R₄ significa alquilo inferior, haloalquilo, arilo, en caso dado sustituido, alcoxi inferior y el resto

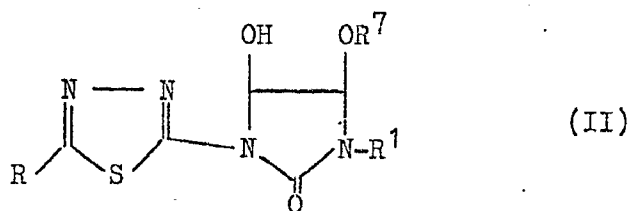
20. donde R⁵ significa hidrógeno, alquilo inferior y arilo, en caso dado sustituido y R⁶ significa alquilo inferior y arilo en caso dado sustituido, R³ representa los mismos restos para los cuales está también R², así como adicionalmente alquilo inferior y alquenilo, tienen fuertes propiedades herbicidas.

25.



También se ha descubierto que se obtienen los nuevos derivados de 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-imidazolidinona-(2) de fórmula (I) si derivados de 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-5-hidroxi-imidazolidinona de fórmula

5.



10. en la que R y R¹ tienen los significados arriba indicados y R⁷ significa hidrógeno, alquilo inferior y alqueni-
lo, se hacen reaccionar

(a) con derivados de ácido de fórmula



15.

en la que R⁸ significa los mismos restos como para los cuales está también R₄, excepto alcoxi inferior y excepto hidrógeno para R⁵ y X significa cloro, bromo y el resto R⁸-CO-O siempre que R₄ no signifique el resto $\begin{matrix} R^5 \\ \diagdown \\ N \\ \diagup \\ R^6 \end{matrix}$, en caso dado en presencia de un aceptor de ácido y, en caso dado en presencia de un diluyente ó

20.

(b) con isocianatos de fórmula



25.

en la que R tiene el significado de arriba, en caso dado en presencia de un diluyente.

Es de considerar como extraordinariamente sorprendente que las sustancias activas de la presente invención tengan una actividad herbicida más elevada, bajo una selectividad simultanea de las plantas de cultivo agrícola,

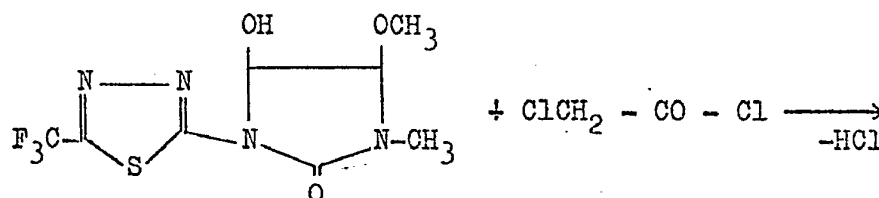
30.



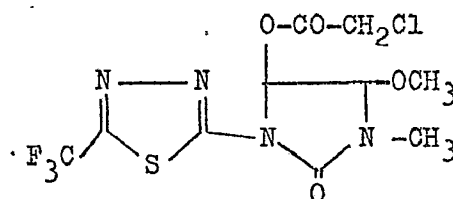
que las tiazolil-úreas previamente conocidas. Las sustancias activas de la presente invención representan, por lo tanto, un considerable enriquecimiento de la técnica.

5. Empleando 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-hidroxiimidazolidinona-(2) y cloruro cloroacético como productos de partida se puede representar el desarrollo de la reacción según la variante del procedimiento (a) mediante el siguiente esquema de fórmulas:

10.

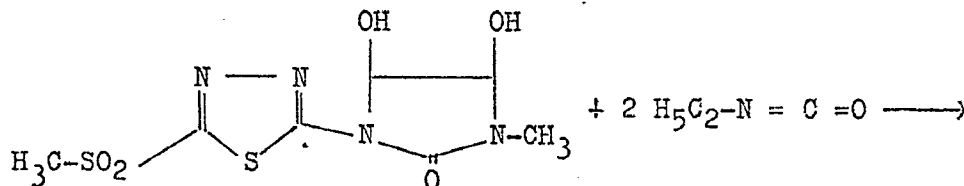


15.

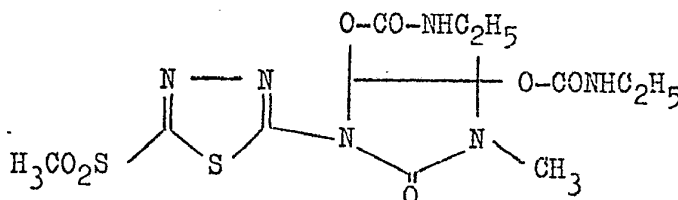


20. Empleando 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2) e isocianato de etilo como productos de partida se puede representar el desarrollo de la reacción según la variante del procedimiento (b) mediante el siguiente esquema de fórmulas:

25.



18 MAR. 1971



5. Los derivados de 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-5-hidroxi-imidazolidinona-(2), empleados como productos de partida, están en general definidos por la fórmula (II)
- En esta fórmula, R significa preferentemente hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, haloalquilo con 1 a 4 átomos de carbono, cicloalquilo con 5 a 8 átomos de carbono, alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono, alcoxialquilo, en cada caso con 1 a 4 átomos de carbono en los restos alquilo, halocicloalquilo con 5 a 8 átomos de carbono de anillo, alcoxialquiltio, en caso caso con 1 a 4 átomos de carbono en los restos alquilo, arilo, en caso dado sustituido, con 6 a 10 átomos de carbono, alqueniilo con 2 a 4 átomos de carbono, alquiltio con 1 a 4 átomos de carbono, aralquiltio, en caso dado sustituido, con 6 a 10 átomos de carbono en el resto arilo y 1 a 4 átomos de carbono en el resto alquilo, alqueniiltio con 2 a 4 átomos de carbono, aralquiltio, en caso dado sustituido, con 6 a 10 átomos de carbono en el resto arilo y 1 a 4 átomos de carbono en el resto alquilenio, alqueniiltio con 2 a 4 átomos de carbono, alquiniiltio con 2 a 4 átomos de carbono, alquilsulfoxilo con 1 a 4 átomos de carbono, alquilsulfonilo con 1 a 4 átomos de carbono, alqueniilsulfoxilo con 1 a 4 átomos de carbono, alqueniilsulfoxilo con 1 a 4 átomos de

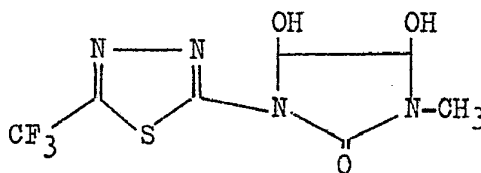


5. carbono, alquénilsulfonilo con 2 a 4 átomos de carbono, alquinilsulfonilo con 1 a 4 átomos de carbono, aralquilsulfoxilo y aralquilsulfonilo, en cada caso con 6 a 10 átomos de carbono en el resto arilo y 1 a 4 átomos de carbono en el resto alquilenos.

10. R¹ significa preferentemente alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, alquénilo y alquínilo, en cada caso con 2 a 4 átomos de carbono, R⁷ significa preferentemente hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y alquénilo con 2 a 4 átomos de carbono.

15. Las 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-5-hidroxi-imidazolidinonas-(2) de fórmula (II), empleadas como productos de partida no son hasta la fecha conocidas, pero se pueden obtener si 1,3,4-tiadiazol-2-il-úreas, que son conocidas, se hacen reaccionar en presencia de catalizadores alcalinos y, en caso dado, en presencia de un diluyente con glicoxal a temperaturas entre 40 - 80°C. Según este procedimiento se obtienen las 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-4,5-dihidroxi-imidazolidinonas-(2) de fórmula (II). Los compuestos de fórmula (II) en las cuales R⁷ significa alquilo inferior y alquénilo, se pueden obtener de ellas haciendo reaccionar estas 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-4,5-dihidroxi-imidazolidinonas-(2) con alcoholes, tales como metanol o etanol en presencia de catalizadores ácidos, por ejemplo, ácido sulfúrico. Estos procedimientos, que son objeto de otras solicitudes, se explican mediante los siguientes ejemplos de obtención:

(A)

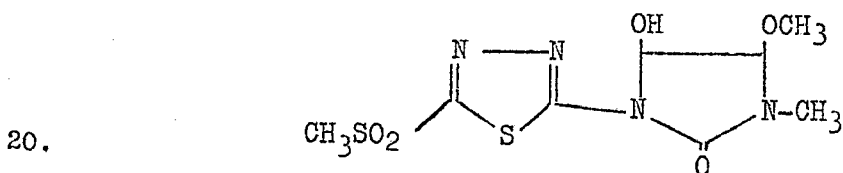




5. A una solución de 45,4 g (0,2 moles) de 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-urea en 500 cc de etanol se gotean 100 cc de una solución acuosa al 30 % de glioxal que previamente se ajustó con lejía sódica diluida a un pH de 7 a 8. Después de reposar durante la noche se separa el disolvente por destilación en vacío y el residuo se mezcla con agua. Después de recristalizar en acetonitrilo se obtiene la 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2) en forma cristaliza; punto de fusión 178°C.

En forma correspondiente se pueden obtener también los compuestos siguientes:

- (B) 1-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2), del punto de fusión 55°C.
15. (C) 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2), del punto de fusión 67°C.
- (D)



25. 43,9 g (0,15 moles) de 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2) se calientan con 100 cc de metanol absoluto y 2 cc de ácido sulfúrico concentrado durante 24 horas bajo reflujo. A continuación se concentra por evaporación en vacío. Después de frotar cristaliza la 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-imidazolidinona-(2) que se



recristaliza en metanol; punto de fusión 140°C.

En forma correspondiente se pueden obtener también los compuestos siguientes:

5. (E) 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-hidroxi-imidazolidinona-(2), punto de fusión 148°C y

(F) 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol)-3-metil-4-metoxi-5-hidroxi-imidazolidinona-(2), punto de fusión 141°C.

10. Como disolvente para la reacción según la presente invención de las 1-(1,3,4-tiadiazol-2-il)-5-hidroxi-imidazolidinonas-(2) de fórmula (II) con derivados de ácido según la fórmula (III) ó isocianatos según la fórmula (IV) entran en consideración todos los disolventes orgánicos inertes. Entre estos se encuentran, por ejemplo: los hidrocarburos, tales como la bencina, ligroina, hexano, benceno, tolueno; los hidrocarburos clorados, tales como cloruro metilénico, cloroformo, tetraclorocarbono, clorobenceno; los hidrocarburos nitrados, por ejemplo, nitrobenzono; los éteres, tales como dietiléter, dibutiléter, tetrahidrofurano, dioxano; las cetonas, tal como la acetona, metilisopropilcetona, acetofenona, ciclohexanona, además, las mezclas arbitrarias de los disolventes mencionados.

15.

20.

25. Como aceptores de ácido en la variante del procedimiento (a) se pueden emplear todos los aceptores de ácido usuales. Entre estos se encuentran preferentemente los hidróxidos alcalinos, los hidróxidos alcalino-térreos, los carbonatos alcalinos y las aminas terciarias. Como especialmente adecuados sean mencionados en detalle: hidróxido sódico, carbonato sódico, trietilamina y piridina.

30. Las temperaturas de reacción pueden variar entre un



amplio margen. Por lo general se trabaja entre 0° y 140° C, preferéntemente entre 10 y 120° C.

5. En la realización del procedimiento de la presente invención se emplean cantidades aproximadamente equimolares o bien cantidades doble-molares de productos de partida. La elaboración de la mezcla de reacción se efectúa en la forma usual.

10. Las sustancias activas de la presente invención poseen excelentes propiedades herbicidas y, por lo tanto, se pueden emplear para combatir las malas hierbas. Como malas hierbas, en el más amplio sentido, se entienden todas aquellas plantas que crecen en lugares donde son indeseadas. El que las sustancias activas de la presente invención actúen como herbicidas totales o herbicidas selectivos dependen esencialmente de la cantidad aplicada.

15. Las sustancias de la presente invención se pueden emplear, por ejemplo, en las plantas siguientes:

20. Dicotiledóneas, tales como mostaza (Sinapis), berro (Ledipidum), amor de hortelano (Galium), pamplina (Stellaria), camomila (Matricaria), escabiosa (Galinsoga), patata de ganso (Chenopodium), ortiga (Urtica), zuzón (Senecio), algodón (Gossypium), remolacha (Beta), zanahoria (Daucus), judías (Phaseolus), papas o patatas (Solanum), café (Coffea); monocotiledóneas tales como fleo (Phleum),

25. poa (Pos), cañuela (Festuca), eleusina (Eleusine), carri-cera (Setaria), lolio (Lolium), bromo (Bromus), mijo (Echinochloa), maíz (Zea), arroz (Oryza), avena (Avena), cebada (Hordeum), trigo (Triticum), panizo (Panicum), caña de azúcar (Saccharum).

30. Los compuestos son especialmente adecuados para com-



batir selectivamente las hierbas malas en el trigo, algodon, caña de azucar y otros cultivos. Se pueden emplear ventajosamente también para combatir la avena loca.

- Las sustancias activas según la invención pueden transformarse en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas formulaciones son preparadas en forma conocida, por ejemplo mezclándose las sustancias activas con diluyentes, es decir, disolventes líquidos y/o sustancias de vehículo, eventualmente con el empleo de agentes superficialmente activos, es decir, emulsiones y/o agentes dispersantes, pudiéndose, por ejemplo, en el caso de utilización del agua como diluyente, emplear eventualmente disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Entran en consideración esencialmente, como disolventes líquidos:
- 5. los hidrocarburos aromáticos tales como por ejemplo, el xileno y el benceno, los hidrocarburos aromáticos clorados tales como por ejemplo, los clorobencenos, las parafinas tales como por ejemplo, las fracciones de petroleo,
 - 10. los alcoholes, tales como por ejemplo, el metanol y butanol, los disolventes fuertemente polares, tales como la dimetilformamida y el sulfóxido de dimetilo, así como el agua; como sustancias sólidas de vehículo: los polvos minerales naturales, tales como por ejemplo, las caolinas,
 - 15. las arcillas, el talco, la creta y los polvos minerales sintéticos, tales como por ejemplo, el ácido silícico altamente disperso, los silicatos; como emulsivos: los emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como los ésteres de ácidos grasos polioxietilénicos, los éteres de alcohol
 - 20. los grasos polioxietilénicos, por ejemplo, en el alquilaril
 - 25.
 - 30.



poliglicoléter, los sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes: por ejemplo, la lignina, las le-
jías de desecho de sulfito y la metilcelulosa.

5. Las sustancias activas pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas, conocidas, o mezclarse con ellas durante la aplicación.

Por lo general, las formulaciones contienen entre un 0,1 % y un 95 % en peso de sustancia activa, preferentemente entre un 0,5 % y un 90 % en peso.

10. Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, como formulaciones o como formas de aplicación preparadas de las mismas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. La aplicación es efectuada en la forma usual, por ejemplo, por rociado, pulverización, distribución y espolvoreo.

15. Al emplear los compuestos como herbicidas totales, las cantidades de sustancia activa son de 20 a 30 kg/ha. Al ser empleados para combatir selectivamente las malezas, las cantidades de aplicación son de 0,1 a 15 kg/ha, preferentemente entre 0,5 y 10 kg/ha.

Las sustancias activas se pueden aplicar tanto antes como después del brote de las plantas de cultivo y de las hierbas malas, preferentemente después del brote.

20. Las sustancias activas muestran también propiedades fungicidas e insecticidas y actúan también contra las larvas de los mosquitos.

EJEMPLO A

Ensayo de aplicación después del brote (post-emergence).

25. Disolvente: 5 partes en peso de acetona.



389372

Emulsionador: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

Para la obtención de una preparación de sustancia activa conveniente, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente, se agrega la cantidad de emulsionador mencionada y el concentrado se diluye a continuación con agua a la concentración deseada.

- 5.
- Con la preparación de sustancia activa se pulverizan las plantas de ensayo, que tienen una altura de crecimiento de 5 - 15 cm, de manera que sean aplicadas las cantidades de sustancia activa por unidad de superficie indicadas en la tabla. Según la concentración del caldo pulverizado, la cantidad de agua se encontrará entre 1000 y 2000 litros por hectarea. Después de 3 semanas se determina el grado de daños en las plantas y se caracterizan con las cifras 0 - 5 que tienen el significado siguiente:
- 10.
- 0 ningún efecto
 - 1 ligeras manchas individuales de quemaduras
 - 2 claros daños en las hojas
 - 20. 3 algunas hojas y parte de los tallos parcialmente muertos
 - 4 planta parcialmente destruida
 - 5 planta totalmente muerta.

Las sustancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados se desprenden de la tabla dada a continuación:

25.



389372¹⁸ MAR. 1971

TABLA

Ensayo post-emerg

Sustancia activa	Cantidad de sustancia activa aplicada kg/ha.	Echinochloa	Chenopodium
<chem>CC(=O)N1C(=N)S(=O)C(=O)N1C</chem> (Conocido)	4	3	
	2	3	4
	1	1	
<chem>CC(=O)N1C(=O)N(C)C(=O)N1C(=O)C(F)(F)F</chem>	2	5	
	1	4-5	
	0,5	4	
<chem>CC(=O)N1C(=O)N(C)C(=O)N1C(=O)C(F)(F)F</chem>	2	5	
	1	4	
	0,5	4	
<chem>CC(=O)N1C(=O)N(C)C(=O)N1C(=O)C(F)F</chem>	2	5	
	1	5	
	0,5	4-5	
	0,25	4	
	0,125	2	4
<chem>CC(=O)N1C(=O)N(C)C(=O)N1C(=O)C(F)(F)F</chem>	2	5	
	1	5	
	0,5	4	
	0,25	4	4
	0,125	2	
<chem>CC(=O)N1C(=O)N(C)C(=O)N1C(=O)C(F)C</chem>	2	5	
	1	5	
	0,5	5	
	0,25	5	4
	0,125	4	

18 MAR. 1971

389372



cat. emergence

<u>Chenopodium</u>	<u>Sinapis</u>	<u>Galinsoga</u>	<u>Stellaria</u>	<u>Daucus</u>	<u>Algodón</u>	<u>Trigo</u>
5	5	5	4	1	2	2
4-5	4-5	4-5	3	1	1	1-2
4	4	3	2	0	0	0
5	5	5	5	5	2-3	4
5	4	5	5	5	1	2-3
5	4	4	5	4-5	0	2
5	5	5	5	5	4-5	1-2
5	5	5	5	4-5	4	0
5	5	5	5	4	3	0
5	5	5	5	5	3	2
5	5	5	5	5	1	1
5	5	5	5	5	0	1
5	5	5	5	3	0	0
4-5	4-5	5	3	1	0	0
5	5	5	5	5	3	4
5	5	5	5	4	1	2
5	5	5	5	3	0	1
4-5	5	5	5	2	0	0
3	5	4	3	1	0	0
5	5	5	5	5	5	4
5	5	5	5	5	4-5	3
4-5	5	5	5	5	3	3
4	5	5	5	5	1	2
1	4-5	5	3	4	0	1



EJEMPLO B

Ensayo de aplicación antes del brote (pre-emergence)

Disolvente : 5 partes en peso de acetona,

Emulsionador: 1 parte en peso de alquilaril-poliglicoléter.

5. Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente, se agrega la cantidad de emulsionador mencionada y el concentrado se diluye con agua hasta la concentración deseada.
10. Las semillas de las plantas de ensayo se siembran en un suelo normal y después de 24 horas se riega con la preparación de sustancia activa, manteniéndose convenientemente constante la cantidad de agua por unidad de superficie. La concentración de la sustancia activa en la preparación no es de importancia, decisivo es tan solo la cantidad de aplicación de sustancia activa por unidad de superficie. Al cabo de tres semanas, se determina el grado de daños sufridos por las plantas de ensayo y se clasifica con los índices 0 a 5, que tienen los siguientes significados:
- 20.
- 0 ningún efecto
 - 1 leves daños o atraso del crecimiento
 - 2 daños manifiestos o inhibición del crecimiento
 - 3 graves daños y desarrollo tan solo deficiente o brote de solo un 50 % de las plantas
- 25.
- 4 plantas parcialmente destruidas después de la germinación o brote de solo un 25 % de las plantas
 - 5 plantas totalmente muertas o sin brotar.
30. Las sustancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados se desprenden de la tabla a continuación.

389372



T A B L A

Sustancia activa	Cantidad de sustancia activa apli cada kg/ha	Echinochloa	Cl d:
<chem>CC1=NC(=O)N(C)C(=O)N1C2=NC(=O)SC(=O)N2C(F)(F)F</chem>	20	5	
	10	5	
	5	5	
	2,5	5	
	1,25	5	
<chem>CC1=NC(=O)N(C)C(=O)N1C2=NC(=O)SC(=O)N2CCCC</chem>	20	5	
	10	5	
	5	5	
	2,5	4	
	1,25	3	
<chem>CC1=NC(=O)N(C)C(=O)N1C2=NC(=O)SC(=O)N2C(F)(F)F</chem>	20	5	
	10	5	
	5	5	
	2,5	5	
	1,25	2	
<chem>CC1=NC(=O)N(C)C(=O)N1C2=NC(=O)SC(=O)N2C(F)(F)F</chem>	20	5	
	10	5	
	5	5	
	2,5	4-5	
	1,25	4	4

389372



emergence

a

Chenopo- dium	Sinapis	Galinsoga	Stellaria	Matricaria	Algodón	Trigo
------------------	---------	-----------	-----------	------------	---------	-------

5 5 5 5 4-5	5 5 5 5 5	5 5 5 5 5	5 5 5 5 5	5 5 5 5 5	5 4 3 2 0	5 5 5 5 4-5
-------------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-------------------------

5 5 4-5 4 2-3	5 5 4-5 3-4 2	5 5 5 5 5	5 5 5 4 3	5 5 5 5 5	3-4 3 2 0 0	3 2 1 0 0
---------------------------	---------------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-------------------------	-----------------------

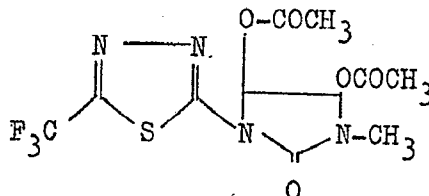
5 5 5 5 2	5 5 5 5 4	5 5 5 5 5	5 5 5 5 5	5 5 5 5 3	4-5 4 4 2 1	5 4-5 4-5 4 3
-----------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-------------------------	---------------------------

5 5 5 5 4-5	5 5 5 5 4	5 5 5 4-5 4-5	5 5 5 5 5	5 4-5 4-5 4 3	5 5 4 3 2	5 5 4-5 4 4
-------------------------	-----------------------	---------------------------	-----------------------	---------------------------	-----------------------	-------------------------

389372



Ejemplo 1



5.

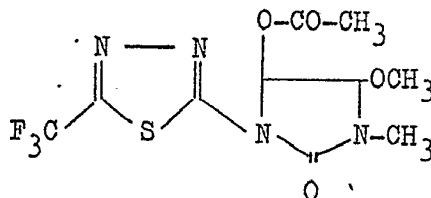
42.6 g (0,15 moles) de 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tia diazolidil)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2) se ca-
lientan en 150 cc de anhídrido acético bajo adición de 3
gotas a ácido sulfúrico concentrado durante 2 horas a 100°C.

10.

Después se concentra por evaporación en vacío. Después de
recristalizar el residuo sólido en alcohol se obtiene la
1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-diace
toxi-imidazolidinona-(2) en forma cristalina. Punto de
fusión 138°C.

15.

Ejemplo 2



20.

4,4 g (0,015 moles) de 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tia
diazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-hidroxi-imidazolidinona-
-(2) se calientan en 8 cc de anhídrido acético bajo adi-
ción de 2 g de acetato sódico durante 5 horas bajo reflu-
jo. Después de diluir con agua se separa por succión el

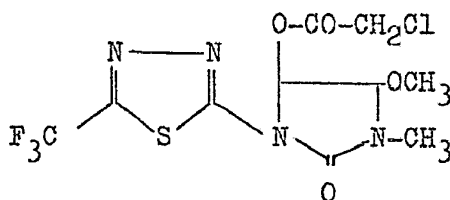
25.

precipitado obtenido y se recristaliza en metanol. Punto
de fusión 96°C.

389372



Ejemplo 3



5.

A 8,95 g (0,03 moles) de 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-hidroxi-imidazolidinona-(2) en 50 cc de tetrahidrofurano se agregan 3 g (0,03 moles) de trietilamina y 3,4 g (0,03 moles) de cloruro cloroacetílico. A continuación se sigue agitando durante 1 hora a 20°C, después se calienta durante 1 hora bajo reflujo y seguidamente se separa por succión el precipitado hidrocioruro de trietilamina. El filtrado se concentra por evaporación con lo que se separa en forma cristalina la

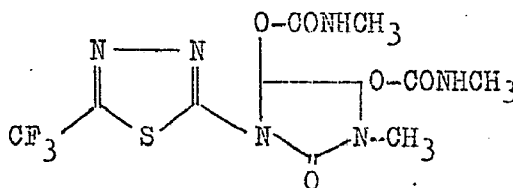
10.

15.

1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-cloroacetil-imidazolidinona-(2). Esta se recristaliza en benceno/hexano (3:1). Rendimiento 60 % de la teoría. Punto de fusión 139°C.

Ejemplo 4

20.



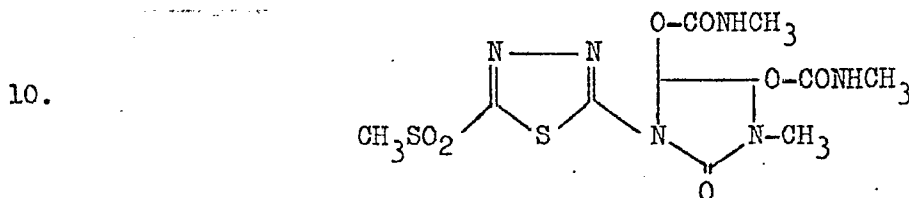
25.

En 42,6 g(0,15 moles) de 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazolil)-3-metil-4,5-dihidroxi-imidazolidinona-(2) en 250 cc de tetrahidrofurano se gotean a 20°, bajo agitación,



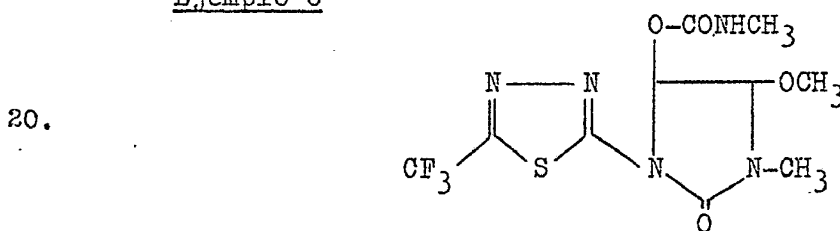
5. 20 g (0,35 moles) de isocianato metílico. Terminado el desarrollo de calor se sigue agitando aún durante 2 horas a 60° y después se retira el disolvente en vacío. Después de recristalizar el residuo sólido en etanol se obtiene la 1-(5-trifluormetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-di-N-metilcarbamoil-imizalidinona-(2) del punto de fusión 205°C.

Ejemplo 5



15. En forma correspondiente al ejemplo 2 se puede obtener la 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4,5-di-N-metilcarbamoil-imidazolidinona-(2) del punto de fusión 255°C.

Ejemplo 6



25. Una solución de 44 g (0,15 moles) de 1-(5-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-hidroxi-imidazolidinona-(2) en 250 cc de tetrahidrofurano se mezcla a 20°C, gota a gota, con 10 g (0,175 moles) de isocianato metílico. Después de calentar durante 2 horas se concentra por evaporación en vacío. Después de recristalizar en benceno/hexano se obtiene la 1-(5-trifluormetil-1,3,4-

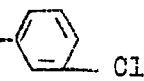
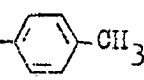


389372

tiadiazol-2-il)-3-metil-4-metoxi-5-N-metilcarbamoil-imidazolidinona-(2) en forma cristalina; punto de fusión 161°C.

En forma análoga se obtienen los compuestos mencionados en la tabla 1.

5.

Ejem- plo No.	R	R ₁	R ₂	R ₃	Punto de fusión °C	
7	C ₂ H ₅ SO ₂	CH ₃	COCH ₃	COCH ₃	162	
8	CH ₃ S	CH ₃	COCH ₃	COCH ₃	175	
10.	9	i-C ₃ H ₇	CH ₃	COCH ₃	COCH ₃	160
10	10	CH ₃ SO ₂	CH ₃	COCH ₃	C ₂ H ₅	130
11	11	CH ₃ SO ₂	CH ₃	COCH ₂ Cl	C ₂ H ₅	110
12	12	CH ₃ SO ₂	CH ₃	COC(CH ₃) ₃	C ₂ H ₅	53
13	13	CH ₃ SO ₂	CH ₃	CO(CH ₂) ₁₆ CH ₃	C ₂ H ₅	52
15.	14	CH ₃ SO ₂	CH ₃	CO ₂ CH ₅	C ₂ H ₅	95
15	15	CH ₃ SO ₂	CH ₃	COCHCl ₂	C ₂ H ₅	150
16	16	CH ₃ SO ₂	CH ₃	COC ₃ H ₇	C ₂ H ₅	51
17	17	CH ₃ SO ₂	CH ₃	CO(CH ₂) ₃ Cl	C ₂ H ₅	42
18	18	CH ₃ SO ₂	CH ₃	COCH ₂ -CH(CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	36
20.	19	CH ₃ SO ₂	CH ₃	CO-  Cl	C ₂ H ₅	86
20	20	CH ₃ SO ₂	CH ₃	CO-  CH ₃	C ₂ H ₅	147
21	21	t-C ₄ H ₉	CH ₃	COCH ₃	COCH ₃	161



389372

- significa alquilo inferior, alquenilo y alquinilo, R^2 significa un resto acilo de fórmula R_4-CO- , donde R_4 significa alquilo inferior, haloalquilo, arilo, en caso dado sustituido, alcoxi inferior y el resto R^5 } N, donde R^6 }
5. R^5 significa hidrógeno, alquilo inferior y arilo, en caso dado sustituido y R^6 significa alquilo inferior y arilo, en caso dado sustituido, R^3 significa los mismos restos que también significa R^2 , así como adicionalmente alquilo inferior y alquenilo; con materiales de carga y, en caso dado, con materiales tensioactivos, en una cantidad de 0,1 - 95 partes en peso de material activo por 99,9 - 5 partes en peso de materiales auxiliares.
- 10.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como materiales auxiliares se emplean disolventes líquidos, materiales de carga sólidos, agentes de emulsión y agentes de dispersión; como disolventes, aromatos, aromatos clorados, parafinas, alcoholes, aminas ó derivados amínicos; como materiales de carga sólidos, las molturaciones de minerales naturales o molturaciones de minerales sintéticos; y como materiales tensioactivos, emulsionadores no ionógenos ó aniónicos, ó lignina, deslixiaciones sulfíticas ó metilcelulosa.
- 15.
- 20.

- 3.- Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas. tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.
- 25.

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

18 MAR. 1971

FARBENFABRIKEN BAYN ANTIKRETSSELSCHAFT

A. GOMEZ ACEBO Y MODEY
s. n. Firmados F. Hernández Ruiz